

## Die Fehlererkennbarkeit bei der zerstörungsfreien Prüfung von Stahl mit energiereichen Röntgenstrahlen

Von R. SCHITTENHELM

Mit 15 Textabbildungen

(Eingegangen am 27. Juli 1956)

### Einleitung

Durch die Entwicklung der Teilchenbeschleuniger und die Herstellung radioaktiver Isotope hat die energiereiche Röntgenstrahlung in den letzten Jahren auch in der zerstörungsfreien Werkstoffprüfung immer mehr an Bedeutung gewonnen. Gegenüber der klassischen Röntgenstrahlung von einigen hundert keV wird mit der energiereichen Röntgenstrahlung wegen ihrer etwa 100-fach größeren Durchdringungsfähigkeit die Durchstrahlung sehr dicker Stahlprüflinge wirtschaftlich tragbaren Belichtungszeiten möglich. Andererseits ließ die große Durchdringungsfähigkeit jedoch befürchten, daß mit energiereicher Strahlung nur erheblich geringere Erkennbarkeit von Fehlern zu erreichen sei als mit klassischer Strahlung, weil der vom Fehler erzeugte Intensitätsunterschied in der Primärstrahlungsintensität dem Absorptionskoeffizienten proportional ist, die auftauchende Frage, wie die Fehlererkennbarkeit bei verschiedenen Strahlenenergien von der Prüflingdicke abhängt, ist inzwischen verschiedentlich experimentell untersucht worden [1]—[4]. Obwohl experimentelle Vergleiche sehr schwierig sind, weil die Erkennbarkeit der für solche Messungen benutzten Testdrähte von einer Vielzahl von Faktoren (z. B. von der Länge und Anordnung der Drähte, der Güte des Film- und Verstärkerfolienmaterials, der Art der Auswertung der Filme und vor allem vom Auswerter selbst) abhängt, geben diese Untersuchungen doch eine relativ sichere, wenn auch noch unvollständige Antwort auf die gestellte Frage.

In den vorliegenden Ausführungen wird der von Fehlern erzeugte Intensitätsunterschied und der dadurch auf dem Film entstehende Kontrast in Abhängigkeit von der Prüflingdicke und der Strahlenenergie rechnerisch ermittelt. Aus ihm läßt sich mit Hilfe des experimentell bestimmbaren Wertes für den geringsten auf dem Film noch erkennbaren Kontrast die Fehlererkennbarkeit errechnen. Die Rechnungen werden zunächst für monochromatische Primärstrahlung durchgeführt und dann auf ein Spektrum erweitert.

### I. Der von einem Fehler erzeugte Kontrast

#### 1. Der vom Fehler erzeugte Intensitätsunterschied für monochromatische Primärstrahlung

Durchstrahlt man einen großflächigen Eisenkörper der Dicke  $D$  mit einem ausgedehnten parallelen Röntgenstrahlenbündel gleichmäßiger Intensität  $J_0$  und einheitlicher Energie  $E$ , ist die aus durchgedrungener Primärstrahlung  $J_p$  und Streustrahlung  $J_s$  zusammengesetzte Intensität  $J_g$  hinter dem Prüfling ebenfalls gleichmäßig, wenn der Prüfling keine Inhomogenität enthält. Liegt im Prüfling jedoch ein Fehler von der Dicke  $d$ , der anschaulichkeithalber als

allelen Röntgenstrahlenbündel gleichmäßiger Intensität  $J_0$  und einheitlicher Energie  $E$ , ist die aus durchgedrungener Primärstrahlung  $J_p$  und Streustrahlung  $J_s$  zusammengesetzte Intensität  $J_g$  hinter dem Prüfling ebenfalls gleichmäßig, wenn der Prüfling keine Inhomogenität enthält. Liegt im Prüfling jedoch ein Fehler von der Dicke  $d$ , der anschaulichkeithalber als

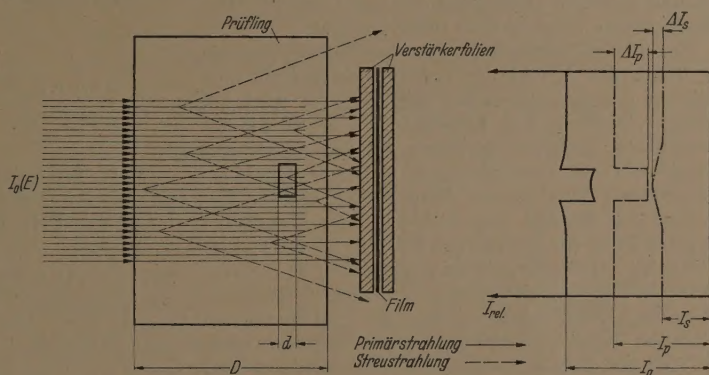


Abb. 1. Schematische Darstellung der von einem Fehler erzeugten Intensitätsdifferenz.

Dickenauftrag — beispielsweise als Testdraht an der Oberfläche — angenommen sei (für Lunker oder Bohrungen gelten die gleichen Beziehungen mit dem Unterschied, daß  $d$  das Vorzeichen wechselt), wird die Homogenität in der Intensitätsverteilung dadurch gestört (Abb. 1), daß

a) im geometrischen Schatten des Fehlers die Primärintensität um den Betrag  $\Delta J_p$  stärker geschwächt wird,

b) der Fehler selbst einerseits zusätzlich Streustrahlung erzeugt, andererseits aber die bereits vorhandene Streustrahlung zusätzlich schwächt ( $\Delta J_s$ ).

Während  $\Delta J_p/J_p$  nicht von der Lage des Fehlers im Prüfling abhängt, ist wegen der Divergenz der Streustrahlung  $\Delta J_s$  im geometrischen Schatten des Fehlers um so geringer, je kleiner der Fehler, je weiter er vom Film entfernt und je niedriger die Primärstrahlenenergie ist.

Das Verhältnis des im geometrischen Schatten des Fehlers entstehenden Intensitätsunterschiedes zur Gesamtintensität wird demnach

$$\left(\frac{\Delta J}{J}\right)_{(E,D,d)} = \frac{(-) \Delta J_p + (+) \Delta J_s}{J_p + J_s} \quad (1)$$

Für kleine Fehlerdicken  $d$  wird aus (1)

$$\left(\frac{\Delta J}{J}\right)_{(E,D,d)} = \frac{-\mu_{Fe}(E) \cdot d}{1 + (J_s/J_p)} + \frac{(J_s/J_p)}{1 + (J_s/J_p)} \quad (2)$$

( $\mu_{Fe}(E)$  = Gesamtabsorptionskoeffizient von Eisen).



$J_p$  und  $J_s$  sind dabei nur von  $E$  und  $D$  abhängig,  $\Delta J_s$  und  $\Delta J_p$  außerdem noch von  $d$ .

## 2. Zusammenhang zwischen Strahlenintensität, Strahlenwirkung und Kontrast

Der hinter dem Prüfling aufgestellte Film wird üblicherweise zur Bildverstärkung zwischen Schwermetallfolien (in der Praxis Bleifolien) eingebettet. Der vom Fehler hervorgerufene Unterschied in der Strahlenintensität führt zu unterschiedlicher Strahlenwirkung in den Verstärkerfolien und im Film. Die im Film erzeugte Strahlenwirkung ist wegen der wesentlich geringeren Dichte und Dicke weitaus kleiner als die Wirkung in den Folien. Außerdem kommen die im Film erzeugten Sekundärelektronen wegen ihrer großen Reichweite im Film selbst nur noch wenig zur Wirkung, so daß die mit dem Film gemessene Strahlenwirkung praktisch vollständig durch die Strahlenwirkung in den Folien bestimmt ist, sofern diese eine mit der mittleren Reichweite der ausgelösten Sekundärelektronen vergleichbare Dicke haben.

Die Strahlenwirkung in einer bestimmten Materie ist durch die Anzahl der pro Gewichtseinheit ausgelösten Ionisationsprozesse gegeben und wird bei Röntgenstrahlung fast ausschließlich durch die im bestrahlten Körper ausgelösten Sekundärelektronen (Positronen seien in diesen Begriff mit einbezogen) hervorgerufen. Ihre exakte Berechnung setzt daher voraus, daß Energie und Richtung aller Elektronen in jeder Tiefe des bestrahlten Körpers bekannt sind. Dies führt auf Fragen, die bei großen, mit der Elektronenreichweite vergleichbaren Schichtdicken, bei denen sich die Elektronenbewegung der vollkommenen Diffusion nähert, theoretisch noch ungelöst sind.

Weil der Zusammenhang zwischen Kontrast und Fehlererkennbarkeit ohnehin experimentell durch Bestimmung des geringsten auf den Film noch erkennbaren Kontrasts geschaffen werden muß, ist für die vorliegenden Betrachtungen nur die Kenntnis des relativen Verlaufs der Strahlenwirkung  $W$  mit der Strahlenenergie erforderlich. Unter der Annahme, daß am Meßort stets „Elektronengleichgewicht“ vorhanden ist, ergibt sich dieser Zusammenhang mit einigen Vereinfachungen in sehr guter Näherung zu

$$\frac{W(E_1, Z_1)}{W(E_2, Z_2)} = \frac{J(E_1)}{J(E_2)} \cdot \frac{\mu_e(E_1, Z_1)}{\mu_e(E_2, Z_2)} \quad (3)$$

Dabei gibt:

$$\mu_e(E, Z) = a \cdot \rho + \sigma_e + \tau \left( 1 - \frac{2m_0 c^2}{E} \right) \quad (4)$$

( $\rho$  = Photoabsorptionskoeffizient,  $\sigma_e$  = Elektronenanteil des COMPTON-Absorptionskoeffizienten,  $\tau$  = Paarbildungskoeffizient,  $a$  = Wirkungsgrad bei der Photoelektronenerzeugung,  $m_0 c^2$  = Ruheenergie des Elektrons)

den Anteil an Primärintensität an, der bei der Absorption in Materie der Ordnungszahl  $Z$  in Elektronenintensität umgesetzt wird. Der Faktor  $\frac{\mu_e(E_1, Z_1)}{\mu_e(E_2, Z_2)}$  stellt also die von Energie und Ordnungszahl abhängige „Verstärkerwirkung“ des Absorbermaterials (in diesem Falle der Verstärkerfolien) dar.

Die relative Wirkung eines Röntgenstrahlenspektrums  $b(E_1)$  mit der Grenzenergie  $E_0$  erhält man durch Integration:

$$W(b(E_1)) = c \int_0^{E_0} b(E_1) \cdot \mu_e(E_1, Z) dE_1 \quad (5)$$

Der von einem Fehler der Dicke  $d$  auf dem Film erzeugte Kontrast wird damit entsprechend (2)

$$K(E, D, d) = \left( \frac{\Delta W}{W} \right)_{(E, D, d)} = - \frac{\mu_{Fe}(E) \cdot d}{1 + (W_s/W_p)} + \frac{(\Delta W_s/W_p)}{1 + (W_s/W_p)},$$

wobei sich  $W_p$  nach (4),  $W_s$  und  $\Delta W_s$  nach (5) berechnen, wenn man dort für  $\mu_e$  den Elektronenanteil Absorptionskoeffizienten von Blei, der mit  $G(E)$  bezeichnet werden soll, und anstelle von  $b(E_1)$  das der Primärstrahlung erzeugte Streustrahlenspektrum  $k(E_1)$  einsetzt.

Ist die Primärstrahlung nicht monochromatisch, sondern hat eine von der Schichtdicke  $D$  abhängige spektrale Intensitätsverteilung  $f(E, D)$  mit der Grenzenergie  $E_0$ , trägt jeder Energieanteil des Spektrums mit dem Gewicht seiner Strahlenwirkung  $G(E)$  zum Gesamtkontrast bei:

$$K_{(f(E, D), D, d)} = \frac{\int_0^{E_0} f(E, D) \cdot G(E) \left( \frac{\Delta W}{W} \right)_{(E, D, d)} dE}{\int_0^{E_0} f(E, D) G(E) dE}$$

## II. Streustrahlenwirkung im Verhältnis zur Wirkung der Primärstrahlung in Abhängigkeit von Primärenergie und Prüflingdicke

Die von monoenergetischer Primärstrahlung der Energie  $E$  in jedem Schichtelement  $dx$  erzeugte Streustrahlenintensität 1. Ordnung hat eine spektrale Verteilung  $k(E_1)$ , die vom Erzeugungsort innerhalb der Schicht unabhängig ist, wenn man die endliche Reichweite der Sekundärelektronen vernachlässigt und annimmt, daß die Bremsstrahlungserzeugung bereits zu deren Entstehungsort erfolgt. Auf dem Weg zum Prüflingende wird die Streustrahlung 1. Ordnung geschwächt, ändert dabei ihre spektrale Verteilung und erzeugt Streustrahlung 2. Ordnung, die ihrerseits wiederum Streustrahlung 3. Ordnung liefert usw. Weil die Streustrahlung 2. Ordnung aus dem dicken Prüflingende hervorgeht, ist die Bestimmung ihrer spektralen Verteilung nur mit übermäßig großem numerischen Rechenaufwand möglich. Daher ist nur bei der Streustrahlung 1. Ordnung die spektrale Verteilung berücksichtigt, während für die anteilmäßig wesentlich schwächere Streustrahlenintensitäten höherer Ordnungen  $J(E)$  das Spektrum durch eine mittlere Energie  $E_n$  ersetzt ist.

### 1. Das Streustrahlenspektrum 1. Ordnung $k(E_1)$

Die Streustrahlenintensität setzt sich aus 3 Anteilen zusammen: der COMPTON-Streustrahlung, der Bremsstrahlung aus den Sekundärelektronen und der Vernichtungsstrahlung der Positronen. Entsprechend der Zusammensetzung der Gesamtabsorptionskoeffizienten  $\mu$  des Eisens an Photoeffekt, COMPTON-Effekt und Paarbildung (Abb. 1) können die spektralen Verteilungen der 3 Einzelanteile mit energie- und materialabhängigem Gewicht versehen und addiert werden.

a) Streustrahlenspektrum aus dem COMPTON-Effekt:  $g(E_1)$ . Wegen der festen Beziehung zwischen Energie  $E_1$  und Streuwinkel  $\theta$  des gestreuten Quantens läßt sich die spektrale Verteilung der Streustrahlung



Abb. 3) aus der von KLEIN und NISHINA angegebenen Winkelbeziehung [5] durch Substitution von  $\theta$  in (8):

$$g(\beta) d\beta = \left[ \frac{1}{\beta} + \beta + \frac{2}{E/m_0 c^2} \left( 1 - \frac{1}{\beta} \right) + \frac{1}{(E/m_0 c^2)^2} \left( 1 - \frac{1}{\beta} \right)^2 \right] \beta d\beta, \text{ wobei } \beta = \frac{E_1}{E}. \quad (8)$$

praktisch energieunabhängige Form der Spektren erklärt durch die bei allen Primärstrahlungen nahezu gleichstarke Abnahme von Strahlenintensität mit zunehmendem Streuwinkel. Streuquanten, die mit der Primärstrahlung einen Winkel größer als  $90^\circ$  einschließen, geben zur Streustrahlung am Film keinen Beitrag. Die dem Winkel  $\theta = 90^\circ$  entsprechende Energie ist in Abb. 3 gestrichelt mit  $E_1$  eingezeichnet.

b) Bremsstrahlungsspektrums aus den Sekundärelektronen und Positronen:

$E_1$ ). Die Sekundärelektronen aus dem Photoeffekt, die aus dem Compton- und Paarbildungsprozeß sowie die Positronen aus der Paarbildung haben bereits eine von der Primärstrahlenenergie abhängige spektrale Verteilung. Beim Photo-Effekt entstehen praktisch monoenergetische Elektronen mit der Energie des absorbierten Röntgenquants. Die Energieverteilung der Compton-Elektronen  $h(E'_1)$  läßt sich aus den für den Compton-Effekt gültigen Beziehungen ermitteln:

$$\left. \begin{aligned} h(\gamma) d\gamma &= \left[ 1 - \gamma + \frac{1}{1 - \gamma} - \frac{2}{E/m_0 c^2} \frac{\gamma}{(1 - \gamma)} + \frac{1}{(E/m_0 c^2)^2} \cdot \frac{\gamma}{(1 - \gamma)^2} \right] \cdot \gamma d\gamma \\ \text{mit } \gamma &= \frac{E'_1}{E}. \end{aligned} \right\} \quad (9)$$

Die spektrale Verteilung der Paarelektronen  $j(E'_1)$  ergibt sich, indem man den von HEITLER [5] für die Elektronenzahl angegebenen Wirkungsquerschnitt mit der Elektronenenergie multipliziert. Die Positronen haben die gleiche spektrale Verteilung wie die Elektronen und verhalten sich hinsichtlich Bremsstrahlungserzeugung praktisch wie Elektronen. Sie können daher durch entsprechende Gewichtsgebung des Paarelektronenspektrums in die Rechnung einbezogen werden. Zur Ermittlung des Bremsstrahlungsspektrums werden daher Compton- und Paarelektronenspektrum mit Gewichten

$$\left. \begin{aligned} \int_0^E h(E'_1) dE'_1 &= \sigma_e(E); \\ \int_0^E i(E'_1) dE'_1 &= \tau(E) \left( 1 - \frac{2 m_0 c^2}{E} \right) \end{aligned} \right\} \quad (10)$$

versehen und addiert. Das resultierende Spektrum  $j(E'_1)$  wird in Energieintervalle zerlegt und das von jedem

Intervall erzeugte Bremsstrahlungsspektrum einer dicken Eisenantikathode nach KULENKAMPFF [6] bestimmt. Die Spektren der einzelnen Intervalle werden mit Gewichtsfaktoren (Wirkungsgrad der Röntgenstrahlungserzeugung und Elektronenintensität innerhalb der Intervalle) multipliziert und addiert. Die Elektronen des Photoeffektes werden getrennt, ähnlich wie ein

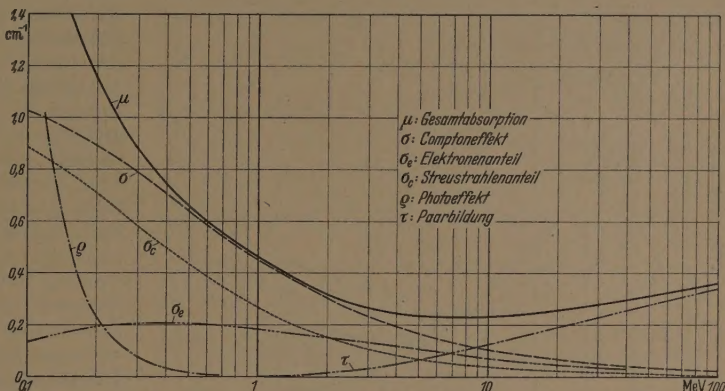


Abb. 2. Absorptionskoeffizient von Eisen als Funktion der Strahlenenergie nach HEITLER [5].

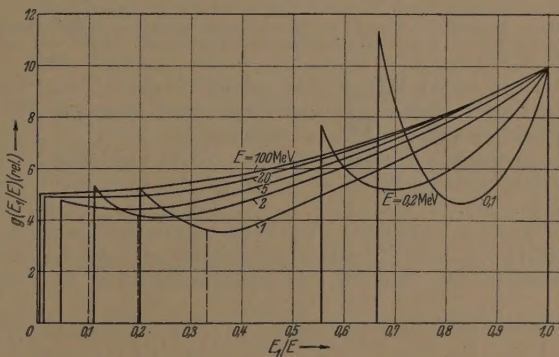


Abb. 3. Spektrale Verteilung der COMPTON-Streustrahlung.

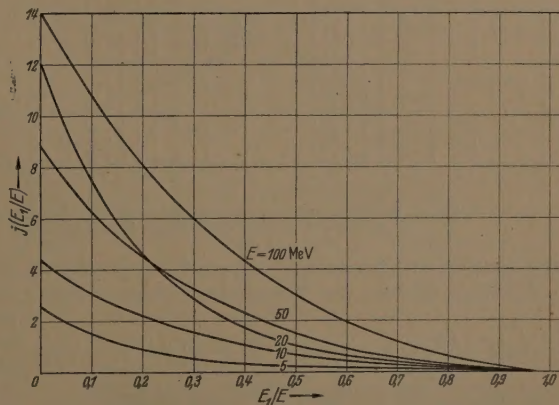


Abb. 4. Spektrale Verteilung der aus den Sekundärelektronen und Positronen in Eisen entstehenden Bremsstrahlung.

Energieintervall des Elektronenspektrums, in das das Bremsstrahlungsspektrum miteinbezogen. Das insgesamt entstehende Bremsstrahlungsspektrum  $j(E_1)$  zeigt Abb. 4.



c) Die Vernichtungsstrahlung liefert infolge der geringen Zerstrahlungswahrscheinlichkeit und der kugelsymmetrischen Intensitätsverteilung einen nur sehr kleinen Beitrag zur Gesamtintensität am Film, zumal bei niedrigen Primärenergien der Anteil der Paarbildung an der Gesamtabsorption gering ist

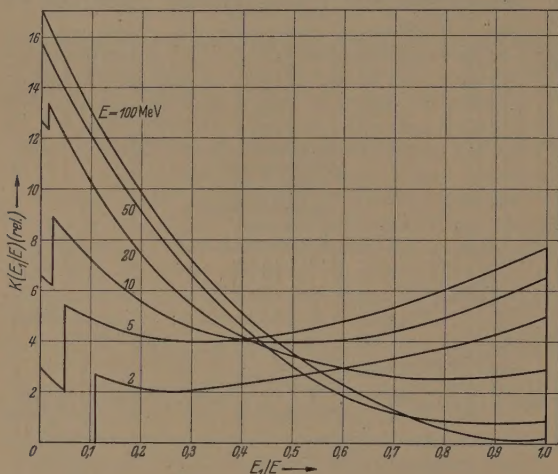


Abb. 5. Spektrale Verteilung der von Röntgenstrahlen einheitlicher Primärenergie in Eisen erzeugten Streustrahlung 1. Ordnung.

und bei hohen Energien die übrige Streustrahlung wesentlich stärker gebündelt und durchdringungsfähiger als die Vernichtungsstrahlung ist. Nach vorhergegangener Abschätzung wurde die Vernichtungsstrahlung daher in die weitere Rechnung nicht mit einbezogen.

d) Das gesamte Streustrahlenspektrum  $k(E_1)$ : Zu seiner Bestimmung müssen die beiden Spektren  $g(E_1)$  und  $j(E_1)$  der Zusammensetzung des

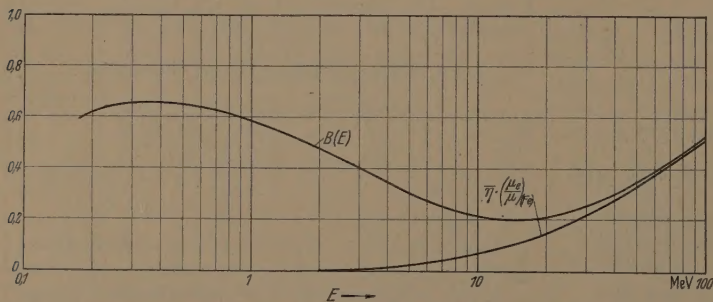


Abb. 6. In Streustrahlung 1. Ordnung umgewandelter Primärstrahlenanteil in Abhängigkeit von der Primärenergie (im Eisenprüfling).

Absorptionskoeffizienten  $\mu_{Fe}$  entsprechend normiert und addiert werden. Die Normierung erfolgt so, daß

$$\int_0^E g(E_1) dE_1 = \sigma_e; \quad \int_0^E j(E_1) dE_1 = \bar{\eta} \cdot \mu_e(E)_{Fe} \quad (11)$$

wird, wobei  $\bar{\eta}$  den mittleren Wirkungsgrad der Bremsstrahlungserzeugung des gesamten Elektronen- und Positronenspektrums  $j(E'_1)$  darstellt.

Abb. 5 zeigt die spektrale Verteilung  $k(E_1)$ . Sie entspricht bei Energien unterhalb 10 MeV dem COMPTON-Streustrahlenspektrum, bei sehr hohen Energien dem Bremsstrahlenspektrum. Der Anteil, welcher

von der Primärintensität  $J(E)$  in Streustrahlenintensität 1. Ordnung  $J(E_1)$  umgesetzt wird, läßt sich aus den Normierungsfaktoren (11) ermitteln (Abb. 6).

$$B(E) = \frac{H(E)}{\mu(E)} = \left[ \frac{\sigma_e + \bar{\eta} \mu_e}{\mu} \right]_{(E)} \quad (12)$$

Er ist bei kleinen Energien praktisch gleich dem Verhältnis  $\sigma_e/\mu$ , steigt bis zu einem Maximum bei etwa 0,3 MeV an, fällt dann mit zunehmender Energie ab, durchläuft aber wegen des immer größer werdenden Wirkungsgrades der Bremsstrahlungserzeugung ein Minimum welches für Eisen bei etwa 12 MeV liegt, und dann mit der Strahlenenergie wieder anzu steigen.

e) Der mittlere Winkel der Streustrahlung gegen die Primärstrahlung. Die Abweichung der Streustrahlung von der Primärstrahlrichtung hat eine Wegverlängerung im Prüfling und damit stärkere Absorption der Streustrahlung zur Folge. Für die COMPTON-Streustrahlung besteht eine eindeutige Beziehung zwischen Streuwinkel und Quantenenergie [5]. Die räumliche Intensitätsverteilung der Bremsstrahlung einer dicken Eisenantikathode läßt sich für kleine Winkel angenähert durch eine GAUSSKurve beschreiben, deren Halbwertswinkel  $\varphi_{1/2}$  für Elektronen mit einheitlicher Energie  $E'_1$  nach LANZL [7] zu

$$\varphi_{1/2} = \frac{110}{E'_1} [\text{Grad}] (E'_1 \text{ in MeV}) \quad (13)$$

angesetzt werden kann. Für ein primäres Elektronenspektrum läßt sich  $\varphi_{1/2}$  durch Mittelbildung berechnen. Da bei Energien bis zu 10 MeV die COMPTON-Streustrahlung überwiegt, oberhalb 10 MeV die Halbwertswinkel der Intensitätsverteilungen aber so klein sind, daß der Cosinus des mittleren Streuwinkels praktisch gleich 1 ist, wurde für Energien bis einschließlich 10 MeV für das gesamte Streustrahlenspektrum die Energie-Winkelbeziehung des COMPTON-Effektes für die Abweichung von der Primärstrahlrichtung in Rechnung gezogen, oberhalb 10 MeV die Richtungabweichung der Streustrahlung vernachlässigt.

## 2. Diffusionsgleichung der Streustrahlung

Greift man aus  $k(E_1)$  eine Energie  $E_1^*$  heraus, so wird in jedem Schichtelement  $dx$  eine der Primärintensität  $J(E, x)$  mit dem Faktor  $H(E) \cdot k(E_1^*)$  proportionale Intensität erzeugt, andererseits aber die bereits vorhandene Intensität mit dem Absorptionskoeffizienten  $\mu(E_1^*)$  geschwächt. Die Streustrahlenintensität der Energie  $E_1^*$  genügt daher der Differentialgleichung ( $\vartheta$  = Winkel gegen die Primärstrahlenrichtung)

$$dJ(E_1^*, x) = H(E) \cdot k(E_1^*) J(E, x) dx - \mu(E_1^*) J(E_1^*, x) \frac{dx}{\cos \vartheta (E_1^*)} \quad (14)$$

it der Lösung

$$J(E_1^*, x) = J(E, 0) H(E) \times k(E_1^*) \frac{e^{-\frac{\mu(E_1^*) x}{\cos \phi(E_1^*)}} - e^{-\mu(E)x}}{\mu(E) - \frac{\mu(E_1^*)}{\cos \phi(E_1^*)}}. \tag{15}$$

leichung (14) läßt sich in verallgemeinerter Form auch für die Berechnung der Streustrahlenintensität  $n$ -ter Ordnung verwenden, wenn der Intensitätsverlauf und die spektrale Zusammensetzung der Streustrahlung ( $n - 1$ )-ter Ordnung mit der Schichtdicke bekannt sind. Wenn auch die exakte Auswertung wegen des übermäßig großen numerischen Rechenaufwandes nicht durchgeführt wurde, so diente (14) doch zur Berechnung der Streustrahlenintensitäten höherer Ordnung bezogen auf einen spektrumschwerpunkt.

### 3. Verhältnis zwischen Streustrahlen- und Primärstrahlenwirkung

Die von der Streustrahlenintensität der Energie  $E_1^*$  am Film erzeugt relative Wirkung ergibt sich durch Multiplikation von  $J(E_1^*, x)$  mit  $G(E_1^*)$ . Dividiert man dieses Produkt durch die Primärstrahlenwirkung  $J(E, x) \cdot G(E)$ , erhält man die relative Streustrahlenwirkung der Energie  $E_1^*$  bezogen auf die Primärstrahlenwirkung. Die gesamte Streustrahlenwirkung 1. Ordnung, — bezogen auf die Primärstrahlenwirkung — ergibt sich durch Integration über alle Energien  $E_1^*$

$$\frac{W(E_1, x)}{W(E, x)} = \int_0^E \frac{J(E_1^*, x)}{J(E, x)} \cdot \frac{G(E_1^*)}{G(E)} \cdot dE_1^*, \tag{16}$$

wobei der in  $J(E_1^*, x)$  enthaltene Faktor  $k(E_1^*, x)$  für jede Schichtdicke normiert wird:

$$\int_0^E k(E_1^*, x) dE_1^* = H(E) \cdot J(E, x). \tag{17}$$

Die Streustrahlenwirkungen höherer Ordnung lassen sich auf dem gleichen Wege ermitteln. Die gesamte Streustrahlenwirkung ergibt sich durch Summation

$$\left(\frac{W_s}{W_p}\right)_{(E, x)} = \frac{W(E_1, x) + W(E_2, x) + W(E_3, x) + \dots}{W_p(E, x)}. \tag{18}$$

Das Verhältnis  $W_s/W_p$  für verschiedene Schichtdicken  $D$  zeigt Abb. 7 in Abhängigkeit von der Energie  $E$ .

### 4. Erweiterung auf ein Primärstrahlenspektrum

Die verschiedenen Energieanteile eines dickenabhängigen Primärstrahlenspektrums  $f(E, x)$  mit der Grenzenergie  $E_0$  tragen mit ihrer Einzelwirkung  $f(E, x) \cdot G(E)$  zur Gesamtwirkung des Spektrums bei.

$$\left(\frac{W_s}{W_p}\right)_{(f(E, D), D)} = \frac{\int_0^E f(E, D) \cdot G(E) \cdot (W_s/W_p)_{(E, D)} dE}{\int_0^E f(E, D) G(E) dE}. \tag{19}$$

Die in Abb. 8 dargestellten Primärspektren mit der Grenzenergie  $E_0$  gelten für die Vorwärtsrichtung des Röntgenstrahlenkegels und für Antikathodendicken,

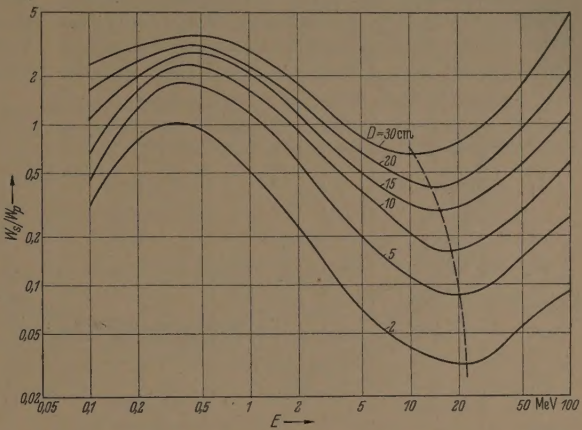


Abb. 7. Verhältnis zwischen Streustrahlen- und Primärstrahlenwirkung  $W_s/W_p$  für verschiedene Strahldicken  $D$  bei einheitlicher Primärstrahlenenergie  $E$ .

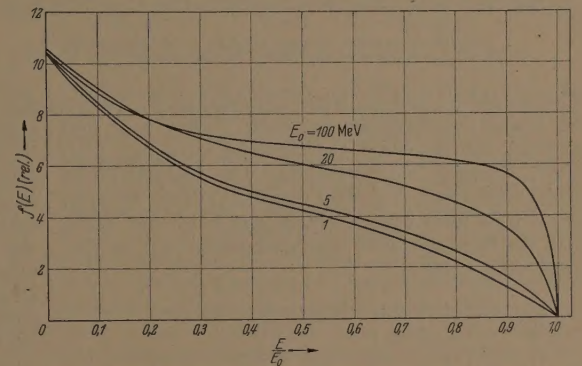


Abb. 8. Spektrale Verteilung der Röntgenstrahlung einer mitteldicken Platinantikathode.

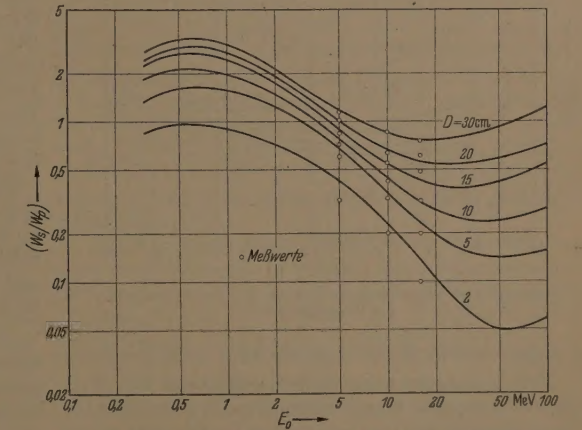


Abb. 9. Verhältnis zwischen Streustrahlen- und Primärstrahlenwirkung für Bremsstrahlungsspektren  $f(E)$  der Grenzenergie  $E_0$ .

wie sie sich praktisch bei Kreisbeschleunigern ergeben [8]. Die wirksame Antikathodendicke läßt sich aus der räumlichen Intensitätsverteilung der Röntgenstrahlung genügend genau bestimmen [9]—[10].



Abb. 9 zeigt das Verhältnis zwischen Primär- und Streustrahlenwirkung für die in Abb. 8 dargestellten Spektren in Abhängigkeit von der Grenzenergie und der Prüflingdicke. Man sieht, daß die relative Streustrahlenwirkung mit zunehmender Grenzenergie zunächst ein von der Prüflingdicke nahezu unabhängiges Maximum bei etwa 1 MeV hat, dann stark mit der

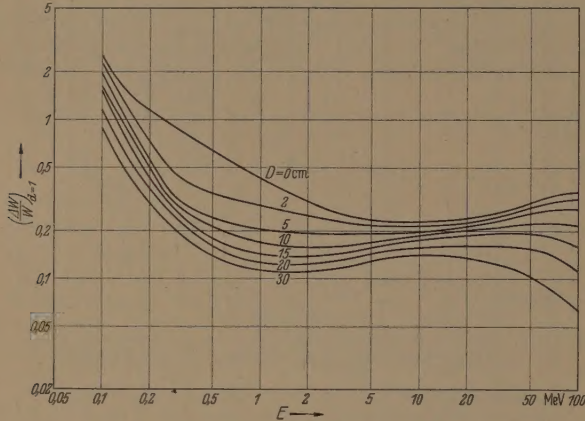


Abb. 10. Vom Fehler erzeugter Kontrast pro Fehlerdickeneinheit bei monoenergetischer Primärstrahlung.

Energie abfällt und ein Minimum durchläuft, welches für kleine Schichtdicken bei etwa 35 MeV liegt und sich mit zunehmender Schichtdicke zu immer kleineren Energien hin verschiebt. Der Kurvenverlauf erklärt sich aus dem Verlauf von  $B(E)$  mit der Energie, wenn man noch berücksichtigt, daß bei hohen Energien die Streustrahlung durchdringender als die Primärstrahlung ist.

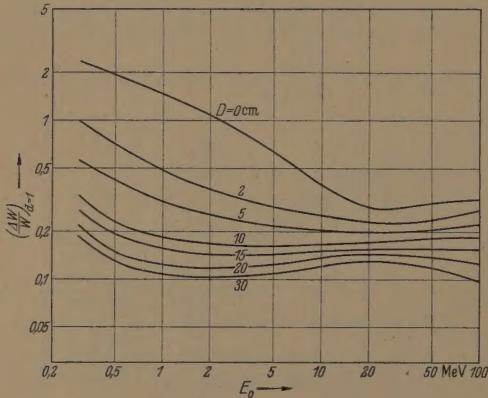


Abb. 11. Vom Fehler erzeugter Kontrast pro Fehlerdickeneinheit bei Primärspektren.

### 5. Experimentelle Bestimmung der Streustrahlenwirkung

Der getrennte quantitative Nachweis von Primärstrahlung und Streustrahlung stößt besonders bei Primärstrahlenspektren und großen Prüflingdicken auf experimentelle Schwierigkeiten. Die berechneten Werte für  $W_s$  lassen sich jedoch experimentell überprüfen, indem man den Verlauf der Gesamtstrahlenwirkung  $W_g$  mit der Schichtdicke mißt und den theoretisch relativ genau bestimmbaren Wirkungsanteil der Primärstrahlung  $W_p$  davon abzieht, wobei bei kleinen Prüfling-

dingdicken noch berücksichtigt werden muß, daß energiearmen Anteile unter 1 MeV des Spektrums an dem die Meßkammer umgebenden Bleizylinder stark absorbiert werden. Für die Experimente stand ein 15 MeV-Betatron der Siemens-Reiniger-Werke zur Verfügung. Der Verlauf der Gesamtstrahlenwirkung mit der Schichtdicke wurde für Grenzenergie von 5, 10 und 16 MeV mit Ionisationskammern gemessen, die mit einer Bleihülle umgeben waren, deren Dicke der mittleren Sekundärelektronenreichweite angepaßt, je nach Grenzenergie 1, 2 und 3 mm betrug.

Die experimentellen Werte  $W_s/W_p$  für die entsprechenden Spektren  $f(E, D)$  sind in Abb. 10 miteingezeichnet. Sie sind in guter Übereinstimmung mit der Theorie, wenn man berücksichtigt, daß man  $W_s/W_p$  erhält, indem man von Meßwert  $W_g/W_p$ , welcher bei kleinen Schichtdicken nur wenig größer ist als 1, den Betrag abzieht, so daß ein Meßfehler bei  $W_p$  um 1% einen Fehler von 10% in  $W_s/W_p$  zur Folge hat.

## III. Die Fehlererkennbarkeit

### 1. Numerische Bestimmung des relativen Kontrastes

Die Kenntnis von  $W_s/W_p$  ermöglicht die Bestimmung des von einem Fehler erzeugte Kontrastes aus den Gleichungen (6) und (7). Die Streustrahlendifferenz  $\Delta J_s$  kann dabei vernachlässigt werden, da sie (wie noch gezeigt wird) die Fehlererkennbarkeit nur dann beeinflusst, wenn der Fehler sehr nahe am Film liegt. Der pro Dickeneinheit ( $d = 1$  cm) entstehende relative Kontrast ist in Abhängigkeit von der Dicke des Stahlprüflings und der Energie für monochromatische Primärstrahlung in Abb. 10 und für Primärstrahlenspektren, wie sie bei Teilchenbeschleunigern entstehen, in Abb. 11 dargestellt. Für  $D = 0$  ist der relative Kontrast dem Absorptionskoeffizienten proportional, hat also ein Minimum zwischen 5 und 12 MeV entsprechend einer Grenzenergie  $E_0$  eines Bremsstrahlenspektrums zwischen etwa 12 und 30 MeV. Die Bündelung der Kurvenschar zwischen 5 und 12 MeV zeigt, daß in diesem Energiebereich die Abnahme des Kontrastes mit dem Faktor  $1/(1 + W_s/W_p)$  mit steigender Prüflingdicke am geringsten ist, so daß sich dieser Bereich bei großen Prüflingdicken schließlich durch besonders hohen Kontrast auszeichnet und daher für die Stahlprüfung am besten geeignet ist. Weil das Verhältnis Streustrahlen- zu Primärstrahlenwirkung schwächer als proportional mit  $D$  ansteigt, nimmt auch der Kontrast schwächer als reziprok mit der Schichtdicke ab, so daß das Produkt aus Kontrast und Schichtdicke mit zunehmender Prüflingdicke immer weiter ansteigt.

Das aus dem Kurvenverlauf ablesbare Ergebnis, daß mit 300 keV-Strahlung selbst bei großen Prüflingdicken der Kontrast noch größer sein sollte als bei energiereicher Strahlung, steht nicht in Einklang mit dem experimentellen Ergebnis, daß die Fehlererkennbarkeit bei 300 keV erheblich geringer als bei höheren Strahlenenergien ist [3], [4]. Die Ursache dafür ist vermutlich, daß bei 300 keV durch ungünstige Aufnahmebedingungen vor allem durch die relativ großen Brennfleckabmessungen und die bei großen Prüflingdicken außerordentlich langen Belichtungszeiten, wäh-



denen eine starke Schwärzung des Films auch durch Streustrahlen aus der Umgebung des Prüflings folgt, der theoretisch zu erwartende Kontrast bei Experimenten nicht voll erreicht wird.

## 2. Experimentelle Bestimmung

### Kleinsten auf dem Film noch erkennbaren Kontrastes bei Testdrähten

Die Erkennbarkeit von parallelen Stahldrähten verschiedener Durchmesser, welche üblicherweise auf der fokussierten Seite des Prüflings angebracht sind und auf dem Film mit abgebildet werden, dient nach der Norm DIN 54110 als Maß für die Güte einer Durchstrahlungsaufnahme. Der Durchmesser des dünnsten noch erkennbaren Drahtes ist dem relativen Kontrast umgekehrt proportional und deshalb nach Gleichung (6) bzw. (7) mit der Strahlenergie und der Prüflingdicke verknüpft. Die regelmäßige Testdrahtanordnung sowie die relativ großen Sprünge von 0,1 mm in der Durchmesserfolge der Drähte und das Vorhandensein nur je eines Drahtes mit bestimmtem Durchmesser, dessen Erkennbarkeit wegen des statistischen Charakters der Einzelaufnahmen durch Schwankungen der Bildgüte innerhalb des Films u. U. verhindert wird, erschweren die objektive Auswertung solcher Durchstrahlungsaufnahmen sehr. Hinzu kommt, daß sich die Drahterkennbarkeit mit zunehmender Drahtlänge verbessert [4], weil die Wahrscheinlichkeit, daß ein Draht erkannt wird, mit seiner Länge steigt und außerdem das Auge das Bild stückweise abgebildeter Drähte um so besser durchverbindet, je länger die Drähte sind. Diese Mängel vermeidet weitgehend der von E. A. W. MÜLLER [11] angegebene Bazillentest, bei dem eine große Anzahl (beispielsweise 30 Stück) 10 mm langer Drähte gleichen Durchmessers unregelmäßig in abgegrenzten Feldern verteilt sind. Durch Aufnahme einer Folge von Testen mit steigendem Drahtdurchmesser erhält man bei gegebener Prüflingdicke eine Kurve, welche die Wahrscheinlichkeit angibt, mit der ein 10 mm langer Draht bei dieser Prüflingdicke erkannt wird. Den Verlauf der prozentualen Drahterkennbarkeit mit der Prüflingdicke gewinnt man, indem man diese Wahrscheinlichkeitskurve für mehrere Prüflingdicken aufstellt und die Punkte gleicher Erkennungswahrscheinlichkeit verbindet. Die auf diese Weise mit dem SIEMENS-Betatron bei 16 MeV Grenzenenergie gewonnenen Ergebnisse der Drahterkennbarkeit sind für die meist benutzten Filmsorten Mikrotest und Ilford C in Abb. 12 dargestellt. Die Aufnahmen wurden bei 1 m Fokus-Film-Abstand durchgeführt. Die Testkörper, bei denen jeweils 30 Testdrähte von 10 mm Länge in 9 Quadraten auf einer Fläche von  $10 \times 10$  cm unregelmäßig verteilt waren, lagen auf der fokussierten Seite des Prüflings. Der Film war in Normalkassetten zwischen Bleiverstärkerfolien von 1,5 mm Dicke vor und 0,5 mm Dicke hinter dem Film eingebettet. Die dem Film zugekehrten Flächen der Folien waren poliert. Die Filmschwärzung wurde über ein Feld von 20 cm Durchmesser durch einen Bleiausgleichskörper (maximale Dicke eine Halbwertschicht) konstant gehalten und betrug bei allen Aufnahmen etwa  $S = 2$ . Auswertung der Aufnahmen erfolgte durch drei geübte Beobachter.

Die 70% Wahrscheinlichkeitskurven dieser Bazillentestergebnisse stimmen mit den von MÖLLER, GRIMM, WEEBER [3] für das 15 MeV-Betatron angegebenen Erkennbarkeitskurven überein, die mit 150 mm langen parallelen Testdrähten gewonnen wurden und in Abbildung 12 gestrichelt mit eingezeichnet sind.

Legt man die 70% Wahrscheinlichkeitskurve der Bazillentestergebnisse als „Erkennbarkeitskurve“ zugrunde, um Vergleiche mit bestehenden Experimenten durchführen zu können, ergibt sich bei 16 MeV

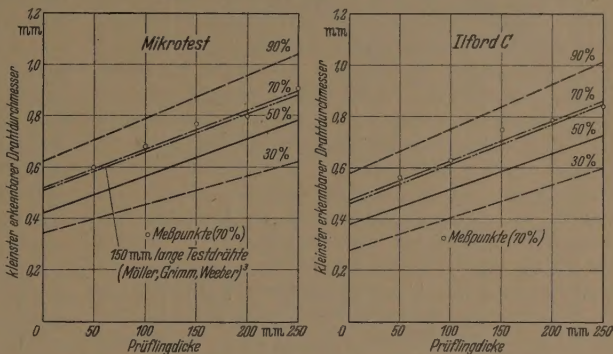


Abb. 12. Drahterkennbarkeit mit Bazillentesten bei 16 MeV-Grenzenenergie.

Grenzenenergie und 100 mm Prüflingdicke ein erkennbarer Drahtdurchmesser von 0,067 cm bei Mikrotestfilm und 0,062 cm bei Ilford C-Film. Aus Abb. 11 entnimmt man für diese Energie und Prüflingdicke einen relativen Kontrast von 0,17 pro cm Fehlerdicke. Der kleinste auf dem Film noch erkennbare Kontrast ergibt sich als Produkt aus relativem Kontrast und erkennbarem Drahtdurchmesser zu 0,0114 bzw. 0,0105 für die beiden Filmsorten. Die Drahterkennbarkeit für andere Energien und Prüflingdicken läßt sich aus Abb. 10 und 11 ermitteln, indem man diesen energie- und dickenunabhängigen kleinsten auf dem Film noch sichtbaren Kontrast durch den in diesen Kurven angegebenen relativen Kontrast dividiert.

Da die Drahterkennbarkeit nur Aufschluß über die Güte einer Aufnahme, nicht aber direkt über die Größe noch erkennbarer Fehler gibt, muß die Fehlererkennbarkeit anderer Fehlergruppen (Lunker, Risse) mit der Drahterkennbarkeit im Zusammenhang gebracht werden. Ob beispielsweise bei 100 mm Wanddicke ein Dickenunterschied von 0,067 bzw. 0,062 cm auch bei andersgearteten Fehlern auf dem Film noch erkennbar wird, ist experimentell noch nicht genügend sicher untersucht.

Die Abhängigkeit des kleinsten auf dem Film erkennbaren Kontrasts und damit der Fehlererkennbarkeit bei Testdrähten von den Aufnahmebedingungen (Filmschwärzung, Verstärkerfolien, Vergrößerungen) wurde bereits anderweitig ausführlich erörtert [4].

### 3. Dicken- und Energieabhängigkeit der Drahterkennbarkeit und Vergleich mit Experimenten

In Abb. 13 ist die Drahterkennbarkeit für einige besonders interessante Energien (16, 31 und 100 MeV Betatronspektren und für  $\text{Co}^{60}$ ) dargestellt.

a) Energieabhängigkeit der Drahterkennbarkeit: Bei sehr kleinen Schichtdicken, bei denen  $J_s \ll J_p$  bleibt, ist die Erkennbarkeit praktisch dem Absorptionskoeffizienten von Eisen proportional. Rönt-



genanlagen sind daher bis zu etwa 50 mm Prüflingdicke den energiereichen Strahlenquellen überlegen. Die Verminderung der Erkennbarkeit durch die Streu-

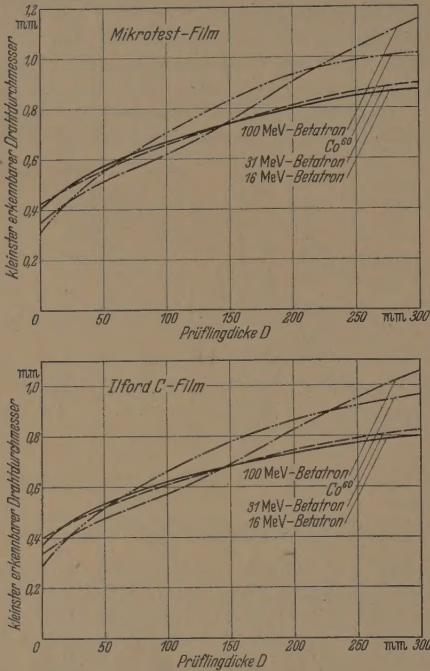


Abb. 13. Theoretische Drahterkennbarkeit der Drahterkennbarkeit für die Bremsstrahlung eines 16 MeV, 31 MeV und 100 MeV Betatrons und  $\text{Co}^{60}$ .

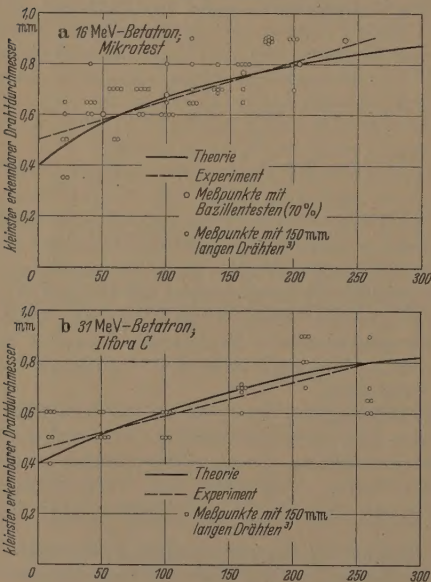


Abb. 14. Theoretische Drahterkennbarkeit im Vergleich mit Experimenten. a) SCHITTENHELM-URLAUB 16 MeV und MÖLLER, WEEBER, GRIMM 16 MeV<sup>3)</sup>. b) MÖLLER, WEEBER, GRIMM 31 MeV<sup>1)</sup>.

strahlung mit zunehmender Schichtdicke ist aber für Strahlenenergien im Bereich maximaler Durchlässigkeit des Eisens am geringsten. Dies führt dazu, daß bei Dicken zwischen 50 und 70 mm Teilchenbeschleuniger

mit 12 bis 30 MeV Endenergie den Röntgenanlagen und auch den sehr energiereichen Strahlenquellen in der Fehlererkennbarkeit gleichwertig und oberhalb 100 mm Prüflingdicke, also in dem für energiereiche Strahlenquellen vorgesehenen Dickenbereich, diesen Anlage klar überlegen sind. Innerhalb des Bereiches maximaler Durchdringungsfähigkeit (12–30 MeV Grenzenergie) ist der Unterschied in der Fehlererkennbarkeit geringfügig. Bei Röntgenanlagen wird die theoretisch ermittelte Erkennbarkeit in der Praxis wegen der relativ großen Brennfleckabmessungen und der langen Belichtungszeiten schädlichen Streustrahlung aus der Umgebung noch verschlechtert. Die bildverschlechternde Wirkung der bei sehr langen Belichtungszeiten aus der Umgebung des Prüflings auf den Film gelangenden Streustrahlung wurde experimentell durch Anbringen 0,5 mm dicker Bleiplatten unter 45° zum Strahlenkegel neben dem Prüfling sogar bei sehr kurzen Belichtungszeiten nachgewiesen.

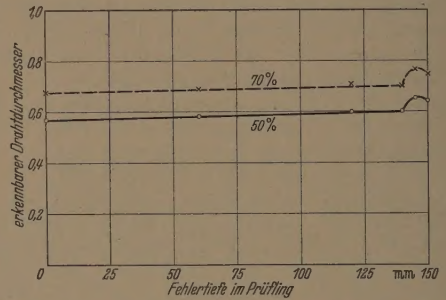


Abb. 15. Prozentuale Erkennbarkeit von Bazillentesten in Abhängigkeit von der Lage des Tests innerhalb des Prüflings. (16 MeV, Mikrotestfilm,  $D = 150$  mm).

b) Dickenabhängigkeit der Drahterkennbarkeit: Aus Abb. 7 und 9 entnimmt man, daß von Schichtdicken an, die größer als eine Halbwertschicht sind, das Verhältnis  $W_s/W_p$  weniger stark als proportional mit der Schichtdicke ansteigt. Die Verringerung der Erkennbarkeit erfolgt daher auch schwächer als umgekehrt proportional mit der Prüflingdicke (Abb. 13, 14), so daß sich die relative Erkennbarkeit mit zunehmender Prüflingdicke immer weiter verbessert, wenn man von dem bei langen Belichtungszeiten merklichen Einfluß der Streustrahlung aus der Umgebung absieht.

c) Vergleiche mit Experimenten: In Abb. 14 sind die rechnerisch ermittelten Drahterkennbarkeiten für die Bremsstrahlung eines 15 und 31 MeV-Betatrons mit den experimentellen Ergebnissen aus Abb. 12 und den für das 15 MeV-Betatron [3] und das 31 MeV-Betatron [1] von MÖLLER, WEEBER, GRIMM ebenfalls experimentell bestimmten Drahterkennbarkeiten verglichen. Die Übereinstimmung zwischen Theorie und Experiment ist befriedigend und zeigt, daß experimentelle Vergleiche trotz der eingangs erwähnten Schwierigkeiten bei entsprechender Sorgfalt genügend genau durchgeführt werden können. Die Darstellung der Erkennbarkeitskurve als Gerade (wie es bei den Bazillentest-Ergebnissen und den Messungen von MÖLLER, WEEBER, GRIMM geschehen ist) ist bei Energien von 16 und 31 MeV eine befriedigende Näherung, wenn auch bei Dicken oberhalb 200 mm geringe Abweichung von der Geraden zu besserer Erkennbarkeit hin auftritt.



## V. Abschätzung des Einflusses der vom Fehler erzeugten Differenz in der Streustrahlung auf die Fehlererkennbarkeit

Der Intensitätsunterschied  $\Delta J_s$  wird einerseits durch hervorgerufen, daß im Fehler (wiederum als Kenauftrag angenommen) zusätzlich Streustrahlung erzeugt wird, welche den von der Primärstrahlung erzeugten Kontrast vermindert, andererseits der Fehler die bereits vorhandene Streustrahlung zusätzlich absorbiert, also einen dem Kontrast der Primärstrahlung gleichgerichteten Kontrast erzeugt, der mit zunehmender Prüflingdicke stärker wird. Der Primärstrahlenkontrast wird daher durch den Streustrahlenkontrast bei kleinen Prüflingdicken vermindert, bei großen dagegen u. U. erhöht. Die Kontraständerung durch  $\Delta J_s$  ist wegen der Streustrahlendivergenz um so geringer, je weiter der Öffnungskegel der Streustrahlung verläuft, d. h. je weiter bei gegebener Strahlenenergie der Fehler vom Film entfernt ist. Um einen Anhaltspunkt über die Größenordnung des Einflusses von  $\Delta J_s$  auf die Fehlererkennbarkeit zu bekommen, wurde die Drahterkennbarkeit beim 15 MeV-Betatron in Abhängigkeit von der Lage des Testkörpers innerhalb eines 150 mm hohen Prüflings untersucht. Das Ergebnis zeigt Abb. 15. Die geringe Abnahme der Erkennbarkeit von der Vorderseite des Prüflings an kann durch die unterschiedliche Vergrößerung des Testkörpers bei den einzelnen Aufnahmen zurückgeführt werden, da der Fokus-Film-Abstand für alle Aufnahmen konstant gehalten wurde. Eine zusätzliche geringe Verschlechterung der Erkennbarkeit macht sich innerhalb der letzten 10 mm am Prüflingende bemerkbar. Sie ist im Absolutwert nach jedoch so geringfügig, daß von der Abschätzung des  $\Delta J_s$ -Einflusses bei größeren und kleineren Prüflingdicken und für andere Strahlenenergien abgesehen wurde. In der Praxis kann man in besonderen Fällen die Beeinflussung der Erkennbarkeit durch  $\Delta J_s$  verhindern, indem man den Film etwas vom Prüfling abrückt.

### Zusammenfassung

Der von einem Fehler auf dem Film erzeugte relative Kontrast wird unter Berücksichtigung der

Streustrahlung in Abhängigkeit von der Schichtdicke für monochromatische Primärstrahlungen zwischen 100 keV und 100 MeV und für Bremsstrahlungsspektren mit Grenzenergien zwischen 300 keV und 100 MeV berechnet. Mit Hilfe des kleinsten bei der Abbildung von Testdrähten auf dem Film noch sichtbaren Kontrastes, welcher experimentell für Mikrotest und Jlford C-Film mit 16 MeV Bremsstrahlung bestimmt wird, wird als Beispiel die Drahterkennbarkeit mit Betatrongeräten von 16, 31 und 100 MeV-Endenergien sowie für  $\text{Co}^{60}$ -Strahlung berechnet, diskutiert und mit Experimenten verglichen. Der Energiebereich zwischen 5 und 12 MeV (entsprechend einem Betatronspektrum zwischen 12 und 30 MeV Grenzenergie) erweist sich nicht nur wegen größter Durchdringungsfähigkeit der Röntgenstrahlung, sondern auch wegen guter Fehlererkennbarkeit bei Prüflingdicken über 70 mm als für die zerstörungsfreie Prüfung von Stahl am günstigsten. Bei gleichbleibender Strahlenenergie verschlechtert sich die Drahterkennbarkeit schwächer als reziprok mit der Prüflingdicke, so daß die relative Erkennbarkeit mit zunehmender Dicke immer besser wird. Die vom Fehler erzeugte Differenz in der Streustrahlenintensität beeinflusst die Drahterkennbarkeit auch bei sehr kleinen Entfernungen zwischen Fehler und Film nur geringfügig.

Herrn Prof. Dr. H. KULENKAMPPF danke ich für wertvolle Diskussionen und Hinweise, Herrn C. CLAUSNITZER für Hilfe bei der Durchführung der Rechnungen.

**Literatur.** [1] MÖLLER, H., W. GRIMM u. H. WEEBER: Archiv f. d. Eisenhüttenwesen **25**, 279 (1954). — [2] WIDERÖE, R.: Z. VDI, **450** (1954). — [3] MÖLLER, H., W. GRIMM u. H. WEEBER: Archiv Eisenhüttenwesen **26**, 603 (1955). — [4] SCHITTENHELM, R. u. I. URLAUB: ATM **240**, 9 (1956). — [5] HEITLER, W.: The Quantum Theory of Radiation (Oxford 1936). — [6] KULENKAMPPF, H.: Überlegungen zur Bremsstrahlung schneller Elektronen FIAT-Berichte Bd. 12, 1953, S. 95 Verlag Chemie. — [7] LANZL, L. H. u. A. O. HANSON: Phys. Rev. **83**, 559 (1951). — [8] LAWSON, J. D.: Nucleonics **10**, 61 (1952). — [9] SCHIFF, L. I.: Phys. Rev. **70**, 87 (1946). — [10] KULENKAMPPF, H., M. SCHEER u. R. SCHITTENHELM: Z. Physik **129**, 202 (1951). — [11] MÜLLER, E. A. W.: Z. VDI **95**, 1093 (1953).

Dr. RUDOLF SCHITTENHELM, Siemens-Reiniger-Werke, Erlangen.

## Über den Einfluß von Randschärfe und Kontrast auf die Detailerkennbarkeit bei photographischen Aufnahmen mit besonderer Berücksichtigung der Röntgendiagnostik

Von RAINER RÖHLER

Mit 3 Textabbildungen

(Eingegangen am 11. Juli 1956)

### Einleitung

Die Detailerkennbarkeit spielt vor allem in der Röntgenphotographie eine entscheidende Rolle, da bei der Kontraste sehr klein sind, und durch geringe Kontrastverminderungen oder Randunschärfen u. U. schon wichtige Details unter die Erkennbarkeitsschwelle sinken. Während in der bildmäßigen Photographie die Detailerkennbarkeit im Regelfall als Kriterium für die Bildgüte nicht so wichtig ist wie andere Kriterien (Schärfe, Körnigkeit usw.), kann in der Röntgenphotographie eine für die Praxis brauchbare Definition der Bildgüte nur über eine entsprechende

Definition der Detailerkennbarkeit erfolgen. Die Erkennbarkeit eines Details hängt von seiner Fläche, seiner inneren Struktur, seinem Kontrast gegen das Umfeld und seiner Randschärfe ab. Für die Randschärfe wie für den Kontrast sind zwar verschiedene Definitionen und entsprechende Meßverfahren angegeben worden [1]—[23]. Sie allein bedeuten aber noch keine Aussage über die Detailerkennbarkeit. Eine Definition hierfür kann erst unter gleichzeitiger Berücksichtigung aller Parameter erfolgen.

Die Frage nach der Erkennbarkeit von Details setzt sich grundsätzlich aus einem physikalischen und einem



physiologischen Teil zusammen. Im physikalischen Teil wird die Frage gestellt, wieviel Information über das Detail aus dem photographischen Film grundsätzlich erhalten werden kann. Der physiologische Teil behandelt die Übertragung dieser Information über das Auge in das Gehirn. Vor der Untersuchung des physiologischen Vorganges ist daher die Beantwortung des physikalischen Teiles notwendig. Dieser soll im folgenden untersucht werden.

### 1. Die objektive Erkennbarkeit von Details als statistische Aussage

Wenn man einen gleichmäßig geschwärzten Film in kleine Bereiche gleicher Form und Größe, z. B. Quadrate, einteilt und die optische Transparenz (= Durchlässigkeit = Transmissionsgrad  $\times$  Fläche) dieser Bereiche mißt, erhält man eine Häufigkeitsverteilung der Meßwerte mit einem Mittel  $m$  und einem Schwankungsquadrat  $\sigma^2$ . Letzteres wird von der Körnigkeit des Filmes bestimmt. Die folgenden Überlegungen gelten für beliebige Verteilungsfunktionen, die Formelausdrücke ändern sich jedoch mit der Verteilung. Im Abschnitt 3 wird gezeigt werden, daß die Verteilungsfunktion in guter Näherung eine GAUSS'sche Verteilung darstellt, so daß im folgenden die für die letztere gültigen Gesetzmäßigkeiten benutzt werden können. Für die Wahrscheinlichkeit des Meßwertes  $x$  ergibt sich dann die Beziehung:

$$w(x) = \frac{1}{\sigma \sqrt{2\pi}} e^{-\frac{(x-m)^2}{2\sigma^2}}$$

Die Meßwerte der einzelnen Bereiche werden als voneinander statistisch unabhängig vorausgesetzt. Aus dieser Forderung ergibt sich eine Mindestgröße der Bereiche, die als Flächeneinheit gewählt werden soll. Fügt man aus solchen Elementarbereichen größere Bereiche mit dem Flächeninhalt  $F$  zusammen, so ist die Wahrscheinlichkeitsverteilung der Durchlässigkeiten dieser Bereiche

$$w(\int_F x dF) = w(x_F) = \frac{1}{\sigma \sqrt{2\pi} F} e^{-\frac{(\int_F x dF - Fm)^2}{2 F \sigma^2}} \quad (1)$$

da sich die Schwankungen unabhängiger Verteilungen quadratisch, die Mittel aber linear addieren.

Bei der Beurteilung der Frage, ob eine Stelle in einem beliebigen Film, an der die Schwärzung von der Umgebung abweicht, ein Detail darstellt, hat man aus Durchlässigkeitsmessungen das Mittel und die Schwankung der Transparenz in der Umgebung dieser Stelle zu bestimmen. Danach ist gemäß (1) die Wahrscheinlichkeit zu berechnen, mit der die Durchlässigkeit der betrachteten Stelle als statistische Schwankung des Mittelwertes der Umgebung vorkommt. Je kleiner diese Wahrscheinlichkeit ist, desto eher ist die Annahme berechtigt, daß es sich bei der Stelle um ein „echtes Detail“ handelt.

Zum Erkennen eines Details ist es also nötig, daß  $w(x_F)$  kleiner als ein bestimmter Wert bleibt. Dieser Wert bestimmt sich aus der Verlässlichkeit, mit der die Aussage gefordert wird. Der Wert von  $w(x_F)$  wird im wesentlichen vom Exponenten bestimmt. Setzen wir noch  $s = x - m$ , so wird der Exponent

$$Q^2 = \frac{(\int_F x dF - Fm)^2}{2 F \sigma^2} = \frac{(\int_F s dF)^2}{2 F \sigma^2} \quad (2)$$

und

$$w(x_F) = \frac{1}{\sigma \sqrt{2\pi} F} e^{-Q^2}$$

Wenn ein bestimmtes Detail  $x_F$ , für das in (2)  $Q =$  wird, von einer statistischen Schwankung vorgtäuscht werden soll, muß  $Q \geq Q_1$  sein. Die Wahrscheinlichkeit dafür ist

$$q(x_F) = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_{Q_1}^{\infty} e^{-Q^2} dQ$$

Als objektive Erkennbarkeit  $p(x_F)$  eines bestimmten Details  $x_F$  kann man die Wahrscheinlichkeitsaussage definieren, mit der das betrachtete Detail ein echtes Überschreiten der Schwelle darstellt, also nicht durch eine statistische Schwankung des Mittelwertes erzeugt ist:

$$p(x_F) = 1 - q(x_F). \quad (3)$$

$p(x_F)$  ist nicht ohne weiteres mit der „Detailerkennbarkeit“ in der medizinischen Röntgendiagnostik gleichzusetzen, denn der Ausdruck bezieht sich lediglich auf ein vorgegebenes Detail ohne Rücksicht auf seine diagnostische Bedeutung im Gesamtbild. Für die Gütebeurteilung einer Aufnahme gemäß  $p(x_F)$  muß daher das „Detail“  $x_F$  erst entsprechend gewählt werden.

### 2. Die Abhängigkeit der objektiven Detailerkennbarkeit von Fläche, Kontrast und Randschärfe

Für einen festen Wert  $C$  des Exponenten, d. h. für einen festen Wert der Wahrscheinlichkeit  $p$  wird

$$\int_F s dF = s F = \sigma \sqrt{2} F C$$

also

$$s = \frac{\sigma \sqrt{2} C}{\sqrt{F}} \quad (4)$$

Die mittlere Abweichung  $s$  vom Mittelwert, die für eine bestimmte Erkennbarkeit notwendig ist, nimmt mit der Wurzel aus der Fläche ab.

Der photometrische Kontrast eines Details zur Umgebung ist definiert als

$$K = \frac{|B_u - B_i|}{B_u} \quad (5)$$

$B_u$  = Umfeldleuchtdichte,  $B_i$  = Infeldleuchtdichte.

Bei der Einführung des photometrischen Kontrastes  $K$  in die Formel (2) ergibt sich zunächst die Schwierigkeit, daß der Kontrast nur für Details definiert ist, deren Transparenz über ihre ganze Ausdehnung konstant ist. Es soll daher zunächst angenommen werden, daß diese Bedingung erfüllt ist. Im nächsten Schritt wird dann der Einfluß der Randschärfe untersucht werden.

Setzt man als Durchlässigkeit des Filmes

$$\int x_i dF = \tau_i F, \quad m F = \tau_u F$$

$$\tau = \frac{R}{R_0}$$

$\tau_i$  = Infelddurchlaßgrad

$\tau_u$  = Umfelddurchlaßgrad

$R_0$  = Leuchtdichte ohne Film = Leuchtdichte des Photometerfeldes



wird unter der folgenden Annahme

$$Q^2 = \frac{1}{2 \pi \sigma^2} \left( \int_0^R s(r) r dr - F \tau_u \right)^2 = \frac{F}{2 \sigma^2} s^2 = \frac{F}{2 \sigma^2} (\tau_i - \tau_u)^2$$

$$Q^2 = \frac{F}{2 \sigma^2} \left( \frac{B_i - B_u}{B_0} \right)^2 \quad (6)$$

mit  $B_u = \tau_u B_0$  erhält man

$$Q^2 = \frac{F}{2 \sigma^2} \tau_u^2 K^2 \quad (7)$$

er ist auch vom Durchmesser des Umfeldes abhängig, so gesetzt werden

$$\sigma = \sigma(\tau_u)$$

daß

$$Q^2 = \frac{F}{2 \sigma^2} K^2 \quad (8)$$

rd.

Als nächstes ist der Einfluß der Randschärfe auf die Erkennbarkeit zu untersuchen. Der Einfachheit halber soll angenommen werden, daß die Form des Details eine Kreisscheibe ist, die einen gleichmäßig scharfen Rand hat. Der Wert von  $s$  soll also in Abhängigkeit vom Radius in Abb. 1 schematisch dargestellt werden.

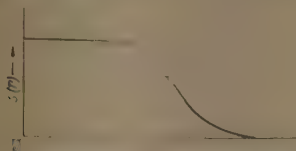


Abb. 1. Abhängigkeit der Durchlässigkeitsfunktion  $s(r)$  bei einem unscharfen Rand (schematisch).

steltten Verlauf haben, muß weiter vorausgesetzt werden, daß die Breite der Unschärfe groß gegen die Abmessungen der Elementarbereiche ist, eine Forderung, die praktisch immer erfüllt werden kann, wie man bei der Betrachtung eines scheinbar scharfen Randes im Mikroskop sieht.

Bei der Berechnung der Erkennbarkeit erhebt sich die Frage, bis zu welchem Wert  $r = R$  das Detail am günstigsten gerechnet werden soll. Der Exponent  $Q$  muß möglichst groß werden, damit die Wahrscheinlichkeit  $p$  möglichst groß wird.  $R$  sei der Radius des Details. Das Maximum von  $Q$  in Abhängigkeit von  $R$  erhält man durch Differenzieren von  $Q^2$  nach  $R$  und Nullsetzen des Differentialquotienten:

$$F' = \pi R^2 \frac{d}{dR} \left( \int_0^R s(r) r dr \right) - 2 \pi R \tau_u$$

$$Q^2 = \frac{2 \pi}{R^2 \sigma^2} \left| \int_0^R s(r) r dr \right|^2$$

$$F' = \frac{4 \pi}{R^2 \sigma^2} \int_0^R s(r) r dr \cdot R s(R) - \frac{4 \pi}{\sigma^2 R^2} \left( \int_0^R s(r) r dr \right)^2 = 0$$

$$R^2 s(R) = \int_0^R s(r) r dr$$

er nach Einführung von

$$\int_0^R s(r) dr = R s(R) \quad (9)$$

ist dieser Beziehung folgendes ab. Den günstigsten Wert von  $R$  erhält man, wenn die Durchlässigkeit der Scheibe gleich ist mit der einer ebenso großen Scheibe ohne Randschärfe. Der Wert von  $s$  für diese Scheibe muß gleich dem doppelten von  $s(R)$

sein. (Vgl. Abb. 2.) Die gelegentlich gemachte Annahme, daß das Detail bis zum halben Randabfall zu rechnen sei, ist nur berechtigt, wenn die Fläche des Randabfalles klein gegen die des Details ist. In diesem Falle wird

$$2 \pi \int_0^R s(r) r dr \simeq 2 \pi s \frac{R^2}{2} = 2 \pi R^2 s(R)$$

$$s(R) = \frac{s}{2}$$

Kleine Details müssen bis zu einem etwas unter dem halben Maximum liegenden Wert gerechnet werden.

Aus Formel (9) läßt sich eine auf die Detailerkennbarkeit gestützte Definition des Kontrastes bei Details mit Randschärfe gewinnen. Ersetzt man nämlich in (2) das mit

$$\int_0^R s(r) dr$$

beschriebene Detail  $x_F$  durch  $2 F s(R)$

so ändert sich die Erkennbarkeit nicht.  $2 F s(R)$  beschreibt daher ein geeignetes Ersatzdetail mit scharfem Rand. Für das Ersatzdetail ist der Kontrast ohne weiteres anzugeben. Man hat dazu in (6)

$$\tau_i - \tau_u = 2 s(R)$$

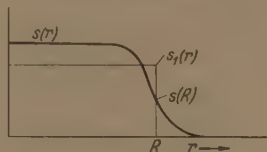


Abb. 2. Durchlässigkeitsfunktion für ein unscharf begrenztes Detail  $s(r)$  und für ein Ersatzdetail mit scharfem Rand und gleicher Erkennbarkeit  $s_i(r)$ .

zu setzen, so daß

$$K' = \frac{2 s(R)}{\tau_u} \quad (10)$$

wird.

Der Kontrast des Details  $x_F$  kann so definiert werden, daß er dem des Ersatzdetails gleich ist. Die objektive Erkennbarkeit eines Details hängt dann bei festem Film (und fester Verstärkerfolie), also bei festem  $\sigma$ , nur von der Fläche und dem Kontrast ab. Die Abhängigkeit von der Unschärfe ist durch das angegebene Verfahren eliminiert. Es ist somit möglich, Details durch Angabe von  $F$  und  $K'$  zu charakterisieren und hinsichtlich ihrer Erkennbarkeit zu vergleichen.

### 3. Die Wahrscheinlichkeitsverteilung der Durchlässigkeiten kleiner Filmbereiche

Die Durchlässigkeitsverteilung kleiner Filmbereiche setzt sich zusammen aus der Verteilung der Körnerzahl und der Verteilung der Korngrößen. Die Entstehung eines Silberkornes in der Schicht ist unter normalen Umständen unabhängig von der Zahl der in der Nachbarschaft entstandenen Körner. Aus dieser Eigenschaft ergibt sich, daß die Verteilung der Körnerzahl eine Poisson-Verteilung ist. Die Verteilung der Korngrößen richtet sich nach dem Film und dem Entwicklungsverfahren und ist im einzelnen durch viele unabhängige Einflüsse bestimmt. Solche Verteilungen haben unter sehr allgemeinen Voraussetzungen die Eigenschaft, mit wachsender Körnerzahl einer GAUSS-Verteilung zuzustreben. Das geschieht auch bei der Poisson-Verteilung, so daß für die Durchlässigkeiten eine GAUSS-Verteilung erwartet werden kann. Um zu



untersuchen, wie weit diese Annahme berechtigt ist, wurden von einem homogen belichteten Film Mikroaufnahmen mit 340facher Vergrößerung gemacht. Diese Aufnahmen wurden in Quadrate mit 4 mm Seitenlänge geteilt und die Durchlässigkeit dieser Bereiche gemessen. Die Größe dieser Bereiche ist ungefähr so groß, daß sich gerade keine Korrelationen zwischen den einzelnen nebeneinanderliegenden Meßwerten ergeben. Die Größe entspricht daher den oben

den Bereiches der Mikroaufnahme

$$D = q D_1 + (1 - q) D_2 = q (D_1 - D_2) + D_2$$

so daß die Verteilungen von  $D$  und  $q$  zusammenhängen in der Relation

$$f(D) dD = f(q) dq = -(D_2 - D_1) f(q) dq.$$

Wenn daher eine Verteilung eine GAUSS-Verteilung ist, folgt das gleiche für die andere Verteilung.

### Zusammenfassung

Die Detailerkennbarkeit läßt sich durch die Wahrscheinlichkeit ausdrücken, mit der Unterschiede der Filmschwärzung auf echte Details zurückzuführen sind (im Gegensatz zu Unterschieden durch statistische Schwankungen). Dadurch wird eine formelmäßige Darstellung der Detailerkennbarkeit in Abhängigkeit von Flächengröße und Kontrast möglich. Unscharf begrenzte Details können hinsichtlich der Erkennbarkeit auf scharf begrenzte kontrastärmere zurückgeführt werden. Dadurch gelingt es, den Einfluß der Unschärfe auf die Erkennbarkeit relativ zu dem des Kontrastes quantitativ zu formulieren. Die statistischen Schwankungen der Filmschwärzung können auf Grund der experimentellen Feststellung als

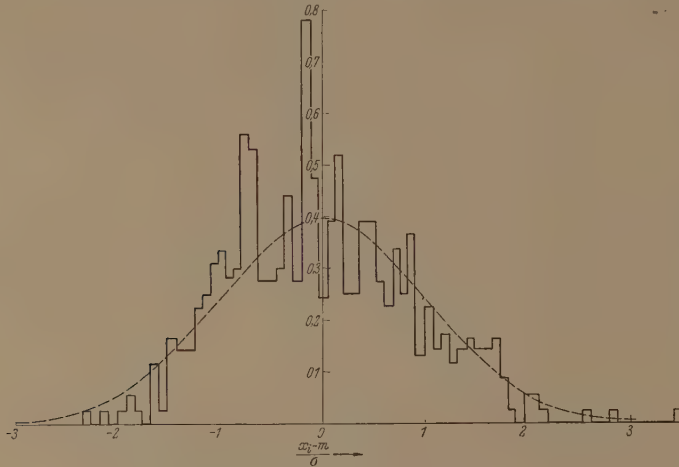


Abb. 3. Häufigkeitsverteilung der Durchlässigkeiten kleiner Bereiche eines gleichmäßig belichteten Filmes. Zum Vergleich die GAUSSsche Verteilung (gestrichelt). Beide Verteilungen in Abhängigkeit von der Standardvariablen.

eingeführten Elementarbezirken. Aus einer Reihe von 442 Meßwerten wurde eine Häufigkeitsverteilung der Meßwerte  $x_i$  aufgestellt und das Mittel  $m$  und die Schwankung  $\sigma$  dieser Verteilung berechnet. Die Verteilung

$$f\left(\frac{x_i - m}{\sigma}\right)$$

mit der Standardvariablen

$$\frac{x_i - m}{\sigma}$$

ist in Abb. 3 dargestellt. Zum Vergleich ist die GAUSSsche Verteilung eingezeichnet. Man erkennt eine befriedigende Übereinstimmung innerhalb der Fehlergrenzen. Durch Übergang zu größeren Bereichen wird die u. U. noch vorhandene Abweichung zum Verschwinden gebracht.

Aus der GAUSSschen Verteilung der Durchlässigkeiten der Mikroaufnahme läßt sich unmittelbar auf die GAUSSsche Verteilung der Durchlässigkeiten des Originalfilmes schließen. Sei nämlich die Durchlässigkeit der Mikroaufnahme an einer Stelle, an der ein Korn abgebildet ist,  $D_1$ , an einer Stelle, an der ein Zwischenraum zwischen den Körnern abgebildet ist,  $D_2$ , sei ferner der von Körnern bedeckte Teil des Filmbereiches  $q$ , so ist die Durchlässigkeit des entsprechen-

GAUSS-Verteilung angenommen werden.

**Literatur.** [1] PELTASON, F.: Fortschr. Röntgenstr. **3**, 691 (1926). — [2] BRONKHORST, W.: Kontrast und Schärfe in Röntgenbild. Georg Thieme Verlag, Leipzig 1927. — [3] BARTT, W. und J. EGGER: Fortschr. Röntgenstr. **39**, 88 (1929). — [4] HARTMANN, J. H.: Fortschr. Röntgenstr. **43**, 758 (1931). — [5] CHANTRAINE, H.: Fortschr. Röntgenstr. **4**, 613 (1933). — [6] CHANTRAINE, H. und P. PROFFLICH: Fortschr. Röntgenstr. **47**, 437 (1933). — [7] VOGLER, H.: Fortschr. Röntgenstr. **54**, 87 (1936). — [8] ZAKKOVSKY, J. und K. JURK: Fortschr. Röntgenstr. **50**, 509 (1934). — [9] HOLLEBEN, K. v.: Röntgenpraxis **7**, 558 (1935). — [10] WIEST, P.: Z. techn. Phys. **16**, 53 (1935). — [11] WÜRSTLIN, K.: Fortschr. Röntgenstr. **54**, 519 (1936). — [12] JURIS, K. und G. RUDINGER: Fortschr. Röntgenstr. **56**, 548 (1937). — [13] RIEHL, N. und K. G. ZIMMER: Fortschr. Röntgenstr. **55**, 381 (1937). — [14] SPIEGLER, G. und G. RUDINGER: Z. techn. Phys. **18**, 16 (1937). — [15] NITKA, H.: Phys. Zeitschr. **39**, 436 (1938). — [16] MORGAN, R. H.: Amer. J. Roentgenol. **62**, 870 (1949). — [17] VATER, H. und H. VOGLER: Fortschr. Röntgenstr. **7**, 731 (1949/50). — [18] KRUTHOF, A. M.: Philips Techn. Rundschau **11**, 340 (1950). — [19] SCHÖBER, H. und C. KLETT: Röntgen-Bl. **6**, 214 (1953) u. **7**, 224 (1954). — [20] KLETT, C.: Z. angew. Phys. **6**, 556 (1954). — [21] MEILER, J.: Fortschr. Röntgenstr. **80**, 749 (1954). — [22] SPIEGLER, G.: Röntgen-Bl. **7**, 386 (1954). — [23] STANGEN, A.: Röntgen-Bl. **7**, 1 (1954).

Dipl. Phys. RAINER RÖHLER,

Zahnärztliches Materialprüfungsinstitut des Bundesverbandes der deutschen Zahnärzte e. V. Hamburg-Eppendorf.  
(Leitung: Prof. Dr. Dr. H. SCHÖBER.)



Ein  $I$ - $T$ -Diagramm von Neon

Von WERNER KOEPPE

Mit 9 Textabbildungen

(Eingegangen am 15. Juli 1956)

## Einleitung

Bei ihren Versuchen über den JOULE-THOMSON-Effekt von He-Ar- bzw. He-N<sub>2</sub>-Gemischen stellten EBUCK und OSTERBERG [1], [2] fest, daß die Messungen bei hinreichend tiefen Ausgangstemperaturen den Beginn der Kondensationsbeginns der höhersiedenden Komponente (Ar bzw. N<sub>2</sub>) stark gestört wurden.

Es wurde nun versucht, diese Erscheinung für die Trennung eines Gemisches aus etwa 80% Neon und 20% Helium auszunutzen. Aus dem Gemisch sollte mit Hilfe eines kleinen Wasserstoffverflüssigers reines Ne in flüssiger Form ausgeschieden werden und das abziehende Gemisch möglichst weitgehend mit He angereichert werden. Es war natürlich zu erwarten, daß die auftretende Entmischungswärme den Verflüssigungsgrad  $\varepsilon$  bei der Ne-Verflüssigung herabsetzen würde. Jedoch sollte  $\varepsilon$  bei gleichem Ausgangsdruck  $p_1$  und gleicher Vorkühltemperatur  $T_1$  für ein größer sein als für Wasserstoff, da die normale Siedetemperatur von Neon (27,1° K) höher ist als die von Wasserstoff (20,37° K); auch liegt die kritische Temperatur von Neon mit 44,5° K höher als die von Wasserstoff (33,18° K). Der Trennversuch, über den im letzten Teil der vorliegenden Arbeit eingehender berichtet wird, zeigte einen so kleinen Verflüssigungsgrad  $\varepsilon$ , daß er als fehlgeschlagen bezeichnet werden mußte.

Um nun die Verhältnisse bei der Trennung des Helium-Neon-Gemisches näher untersuchen zu können, wurde ein  $I$ - $T$ -Diagramm von Neon konstruiert. Hierzu wurden die, allerdings spärlichen, Messungen an Neon verwendet, die in der Literatur zu finden sind. Messungen über den JOULE-THOMSON-Effekt von Neon sind nicht vor.

Konstruktion des  $I$ - $T$ -Diagramms

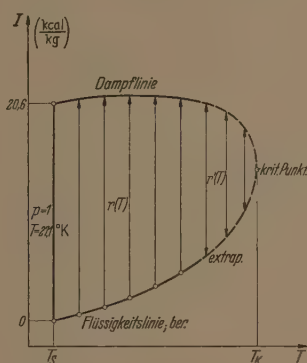
Eine Zustandsgleichung, die bis an das Sättigungsgebiet heran Gültigkeit besitzt und eine hinreichend genaue Berechnung nicht nur der thermischen sondern auch der kalorischen Zustandsgrößen gestattet, existiert nicht. (Die allgemeine Zustandsgleichung von PAMPANON in ihrer letzten Form [4] liefert zwar schon einen Teil hohe Genauigkeit bei der Berechnung von Isothermen, zeigt aber noch beträchtliche Diskrepanzen bei kalorischen Größen, besonders in der Nähe des kritischen Gebietes.) Daher wurde das vorliegende  $I$ - $T$ -Diagramm von Neon aus Isothermenmessungen, Messungen des Dampfdrucks, der Verdampfungswärme und der spezifischen Wärme numerisch bzw. graphisch ermittelt.

Zuerst wurde das Sättigungsgebiet konstruiert. Hierzu wurden die Messungen über den kritischen Punkt [5], [6], die Dampfdruckkurve und die Verdampfungswärme [6]—[9] des Ne aus dem Leidener Kälteporatorium benutzt. Außerdem wurden die Messungen von CLUSIUS [10], [11], über die spezifische Wärme der Flüssigkeit (und des gesättigten Dampfes) benutzt. Die normale Siedetemperatur wurde nach HOOD und GRILLY [12] zu  $T_s = 27,1^\circ \text{ K}$  ange-

nommen. (MATHIAS [8] gibt 27,07° K an, CLUSIUS [13] 27,2° K.) Die Verdampfungswärme am normalen Siedepunkt wurde zu  $r = 20,6 \text{ kcal/kg}$  ermittelt. (MATHIAS [8]:  $r = 20,63 \text{ kcal/kg}$ ; HOOD [12]:  $r = 20,58 \text{ kcal/kg}$ .) Der kritische Punkt ( $r = 0$ ) liegt bei  $T_k = 44,5^\circ \text{ K}$ ;  $p_k = 26,9 \text{ atm}$ ;  $s = R T_k / p_k v_k = 3,249$ .

Für die gesättigte Flüssigkeit am normalen Siedepunkt wurde  $I' = 0$  gesetzt. Dann beträgt für den gesättigten Dampf am normalen Siedepunkt  $I'' = 20,6 \text{ kcal/kg}$ . Nach der Beziehung

$$\Delta I_s = \int_{T_s}^T c_s dT \quad (T_s = 27,1^\circ \text{ K}; T > T_s) \quad (1)$$

Abb. 1. Konstruktion des Sättigungsgebietes im  $I$ - $T$ -Diagramm.

wurde aus den Messungen der spezifischen Wärme von CLUSIUS [10], [11] bis zu  $T = 38^\circ \text{ K}$  die Flüssigkeitslinie des  $I$ - $T$ -Diagramms durch graphische Integration ermittelt. Für höhere Temperaturen wurde die Flüssigkeitslinie extrapoliert, da die Meßwerte von  $c_s$  hier zu spärlich sind; auch scheint ihre Zuverlässigkeit in diesem Gebiet zweifelhaft. Für  $27,1^\circ \text{ K} \leq T \leq 38^\circ \text{ K}$  erhält man durch Antragen der Verdampfungswärme  $r(T)$  an die Flüssigkeitslinie die Dampflinie (Abb. 1). Die schon erwähnte Extrapolation wurde so vorgenommen, daß sich ein stetiger Verlauf von Flüssigkeits- und Dampflinie sowie ein stetiger Übergang beider Linien ineinander im kritischen Punkt ergab, wobei außerdem der vertikale Abstand beider Linien ( $r'(T)$  in Abb. 1) mit der zur jeweiligen Temperatur  $T$  gehörenden Verdampfungswärme übereinstimmte.

Nach der Konstruktion des Sättigungsgebietes wurde die Isobare  $p = 1$  des  $I$ - $T$ -Diagramms ermittelt. Es ist

$$\Delta I_1 = \int_{27,1}^T c_{p_1} dT. \quad (2)$$

Über  $c_{p_1}$  finden sich Angaben von KEESOM und v. LAMMEREN [14] und einzelne Werte in D'ANS-LAX [15] und LANDOLT-BÖRNSTEIN. Für diese Werte wurde folgende Interpolationsformel gewonnen:

$$c_{p_1} = 0,2460 + \frac{622,5}{T^3} \quad \left( \frac{\text{kcal}}{\text{kg}^\circ \text{K}} \right). \quad (3)$$



Die Abweichungen der Meßwerte von der durch Formel (3) gelieferten Kurve sind kleiner als  $2,5^\circ/\infty$ . Nachstehend sind einige Enthalpiewerte für  $p = 1$ , die nach den Formeln (2) und (3) berechnet wurden, angegeben.

$T = 27,1$	30	40	60	80	100	120	200	300 ( $^\circ\text{K}$ )
$I = 20,60$	21,39	24,00	29,03	33,99	38,92	44,05	63,55	88,18 $\frac{\text{kcal}}{\text{kg}}$

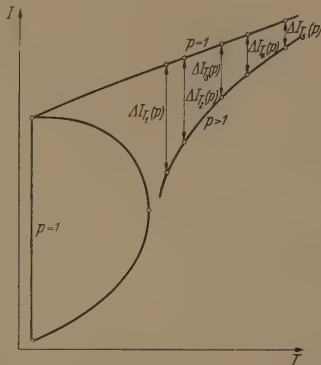


Abb. 2. Konstruktion des überhitzten Gebietes im  $I$ - $T$ -Diagramm.

Mit dem Sättigungsgebiet und der Isobare  $p = 1$  ist das Gerüst für das  $I$ - $T$ -Diagramm gegeben. Die weiteren Isobaren für  $p > 1$  wurden aus Isothermenmessungen konstruiert.

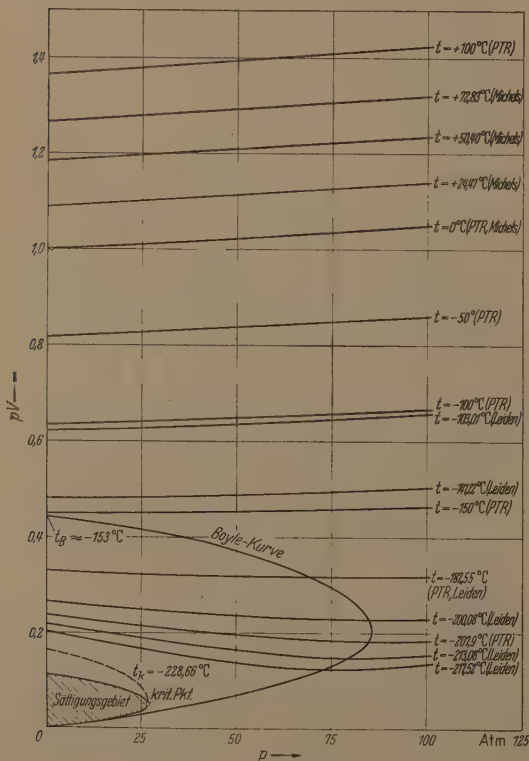


Abb. 3.  $pV$ - $p$ -Diagramm von Ne.

Es ist

$$\Delta I_T(p) = -f \cdot T^2 \cdot \int_1^p \frac{\partial}{\partial T} \left( \frac{V}{T} \right)_p dp.$$

Mit Hilfe dieser Beziehung lassen sich, wie in Abb. 2 skizziert, die Isobaren für  $p > 1$  konstruieren. ( $f$  ist ein Dimensionsfaktor, der durch die Umrechnung von Amagat-Einheiten<sup>1</sup> von  $pV$  in kcal/kg bei  $I$  gegeben ist. Für Ne ist  $f = 26,7$ .)

Für diese Rechnungen wurden die Isothermenmessungen des Leidener Kältelaboratoriums [16], [17], des PTR [18], [19] und von MICHELS und GIBSON [20] verwendet und zwar im Temperaturbereich von  $-217,5^\circ$  bis  $+100^\circ \text{C}$ . Die Meßgenauigkeit dürfte hier 0,5 bis  $2^\circ/\infty$  (bei den tiefen Temperaturen) betragen.

Für die Meßwerte der PTR sind Interpolationsformeln in der Gestalt  $pV = RT + Bp + Cp^2 + \dots$  angegeben. Hier konnte  $(V/T)p$  direkt mit Hilfe dieser Formen berechnet werden. Die Leidener Meßwerte sind in der Form  $pV = RT + bd + cd^2 + \dots$  ( $d$  = Dichte in Amagat-Einheiten) dargestellt. Hier

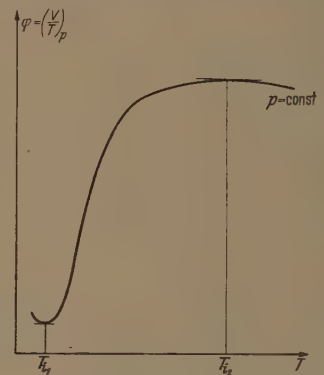


Abb. 4. Verlauf von  $\left(\frac{V}{T}\right)_p$  als Funktion von  $T$ .

wurde  $pV$  für verschiedene Dichten berechnet und in einem so großen Maßstab gezeichnet, daß für die gewünschten Drücke  $pV$  etwas genauer angegeben werden konnte als der Meßgenauigkeit entsprach.

Für die Meßwerte von MICHELS und GIBSON wurden die Interpolationsformeln berechnet, die die Meßwerte innerhalb der angegebenen Meßgenauigkeit gut wiedergeben.

Die Größe  $(V/T)p$  wurde für  $p = 1; 5; 10; 20; 30; 40; 50; 60; 70; 80; 90$  und  $100 \text{ Atm}$  für die  $p$ - $T$ -Temperaturberechnungen berechnet. (Die Isothermen des Ne sind im  $pV$ - $p$ -Diagramm in Abb. 3 dargestellt; das Sättigungsgebiet wurde mittels der Messungen der geradlinigen Durchmessers von MATHIAS und M. [8] berechnet; die kritische Isotherme wurde interpoliert.)

$\phi = (V/T)p$  wurde dann für die angegebenen Drücke über  $T$  aufgetragen, wobei gewisse Schwankungen von  $\phi$ , die besonders bei kleineren Drücken auftraten und wahrscheinlich auf die unterschiedliche Meßgenauigkeit der einzelnen Autoren zurückzuführen

<sup>1</sup> Anmerkung: Die Ergebnisse von Isothermenmessungen werden meist in Amagat-Einheiten angegeben, wobei für  $0^\circ \text{C}$  und  $p = 1 \text{ Atm}$   $pV = 1$  ist; eine Amagat-Einheit von  $pV$  ist also gleich  $22,4 \frac{1 \text{ Atm}}{\text{Mol}}$ .

sind, graphisch ausgeglichen wurden. Sodann wurde graphisch  $\left(\frac{\partial \varphi}{\partial T}\right)_p = \frac{\partial}{\partial T} \left(\frac{V}{T}\right)_p$  ermittelt und anschließend  $\Delta I_T(p)$  nach Formel (4) graphisch integriert. In Abb. 4 ist als Beispiel eine Kurve  $(V/T)_p = f(T)$  eingezeichnet.  $T_{i1}$  und  $T_{i2}$  sind die zu  $p$  gehörenden Inversionstemperaturen des differentiellen JOULE-THOMSON-Effekts.

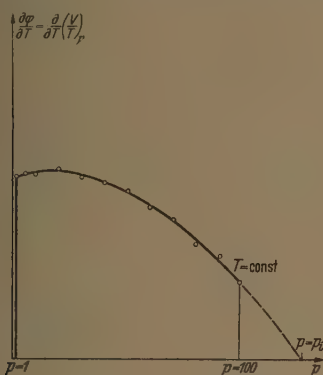


Abb. 5. Verlauf von  $\frac{\partial}{\partial T} \left(\frac{V}{T}\right)_p$  als Funktion von  $p$ .

Effekts  $\left(\frac{\partial}{\partial T} \left(\frac{V}{T}\right)_p = 0\right)$ . Dabei wurden für verschiedene  $p$  die Temperaturen  $T_{i2}$  direkt gewonnen, während  $T_{i1}$  i. a. nur geschätzt werden konnte. Einige Punkte des unteren Astes der Inversionskurve wurden verlässiger bei der graphischen Integration (s.

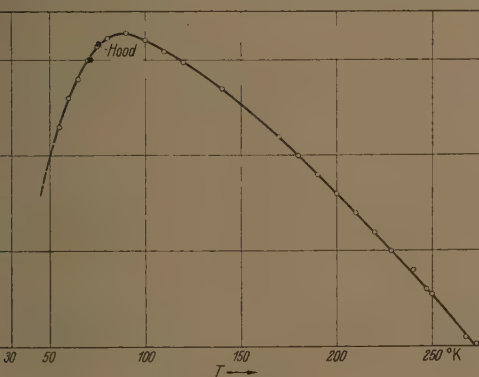


Abb. 6. Inversionskurve von Ne.

b. 5) erhalten, wo sich die Extrapolation der Kurven  $\left(\frac{V}{T}\right)_p = f(p)$  sicherer ausführen ließ.

Die Inversionskurve des differentiellen JOULE-THOMSON-Effekts ist in Abb. 6 dargestellt. Zum Vergleich sind zwei Punkte eingetragen, die sich beim Verflüssigen eines Ne-Verflüssigers ergaben (HOOD [12]). Die Übereinstimmung kann als befriedigend bezeichnet werden.

Abb. 7 zeigt  $-\Delta I_T(p)$  über  $p$  für einige Temperaturen. Auch hier geben die Maxima wieder Punkte der Inversionskurve.

In Abb. 8 ist endlich das  $I$ - $T$ -Diagramm von Ne bei Temperaturen  $T \leq 130^\circ \text{K}$  gezeichnet. (Bei höheren Temperaturen laufen die Isobaren so dicht, daß das Diagramm unübersichtlich wird.) Für  $T < 50^\circ \text{K}$

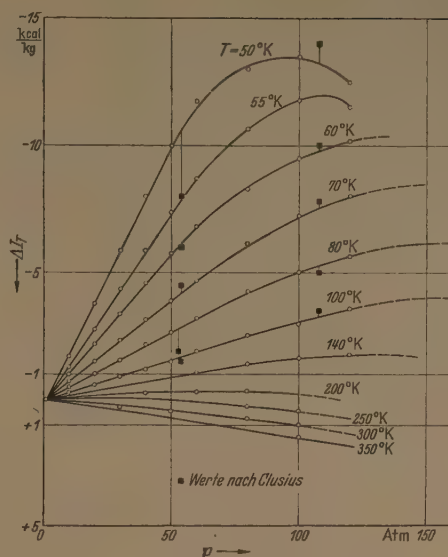


Abb. 7.  $\Delta I_T$  als Funktion von  $p$  für Ne.

und  $I < I_K$  sind die Isobaren extrapoliert. Die Isobare  $p = 120 \text{ Atm}$  ist ebenfalls extrapoliert. Die Genauigkeit des Diagramms wird auf 5% geschätzt.

Als Vergleichsmöglichkeit liegt das  $I$ - $T$ -Diagramm von CLUSIUS [13] vor, das nach dem Theorem der korrespondierenden Zustände aus einem älteren  $I$ - $T$ -Dia-

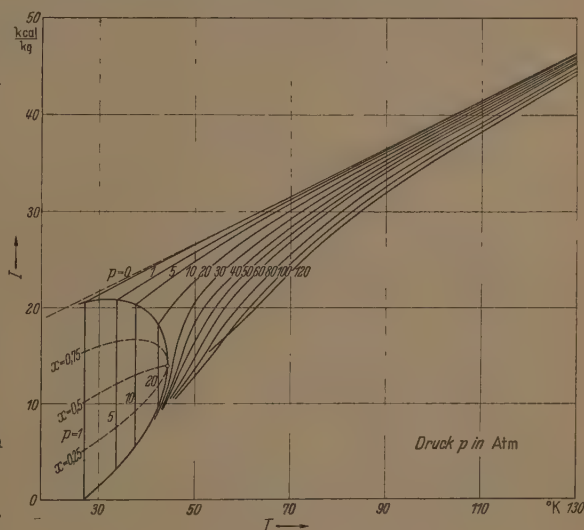


Abb. 8.  $I$ - $T$ -Diagramm von Ne.

gramm von Wasserstoff berechnet wurde. CLUSIUS schätzt seine Genauigkeit auf 10%. In Abb. 7 sind zum Vergleich einige Werte von  $\Delta I_T(p)$  nach CLUSIUS eingetragen. Im Rahmen der angegebenen Genauigkeiten ist die Übereinstimmung mit Ausnahme von  $T = 50^\circ \text{K}$  befriedigend. Auch der Wert von  $I_K$  stimmt mit dem hier berechneten überein. Allerdings erhielt CLUSIUS eine etwas andere Inversionskurve, was aber verständlich ist, da die Inversionskurve für Was-



serstoff nicht dem Theorem der korrespondierenden Zustände gehorcht, wie MEISSNER [21] und später KOEPPE und EDER [22] nachgewiesen haben.

Berechnet man aus dem vorliegenden  $I$ - $T$ -Diagramm von Neon den Verflüssigungsgrad  $\varepsilon$ , so läßt sich ein Vergleich mit den Beobachtungen von HOOD [12] vornehmen. In Abb. 9 ist  $\varepsilon$  für eine Vorkühltemperatur von  $76^\circ\text{K}$  als Funktion des Druckes dargestellt (Kreise). Zur Berechnung der Vergleichskurve wurde angenommen, daß am warmen Ende des Gegenstromkühlers eine Temperaturdifferenz von etwa  $5$ – $6^\circ$  vorhanden war, was aus der Tendenz der Meßpunkte von HOOD geschlossen werden kann.

Die Übereinstimmung ist gut, was als Zeichen für die Richtigkeit des vorgelegten Diagramms im Rahmen der angegebenen Genauigkeit angesehen werden kann.

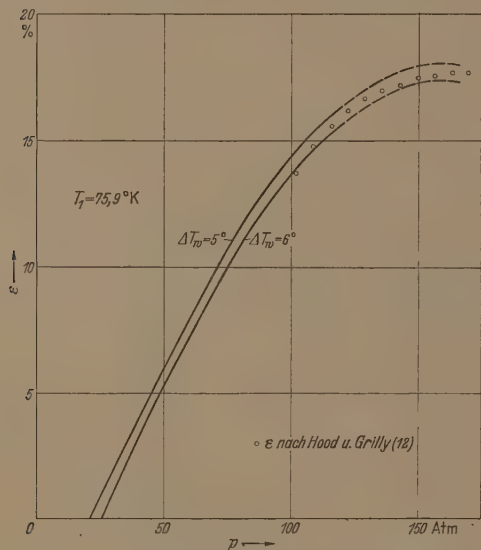


Abb. 9. Flüssigkeitsausbeute  $\varepsilon$  bei der Ne-Verflüssigung nach HOOD und GRILLY.

#### Analyse der Trennversuche

Wie schon in der Einleitung erwähnt, wurde versucht, in einem kleinen Wasserstoffverflüssiger aus einem He-Ne-Gemisch flüssiges Neon zu erzeugen und das abziehende Gemisch mit Helium anzureichern. Nachstehend sind die Meßwerte für die beiden durchgeführten Trennversuche angeführt:

	(A)	(B)
Hochdruck $p_h$ (Atm)	65	120
Niederdruck $p_n$ (Atm)	1,2	1,175
Durchsatz ( $\text{m}^3/\text{h}$ )	1,5	1,3
Vorkühltemperatur $T_1$ ( $^\circ\text{K}$ )	62	62
Drosseltemperatur ( $^\circ\text{K}$ )	36	—
Erste Flüssigkeit nach	60 min	keine!
Erzeugte Flüssigkeit ( $\text{cm}^3/\text{h}$ )	32	0
$\varepsilon$ (%)	2,8	0

Beim zweiten Trennversuch wurde also überhaupt kein flüssiges Neon erhalten. Die Temperaturdifferenz am warmen Ende des Gegenstromkühlers ( $\Delta T_w$ ) betrug etwa  $1^\circ$ . Beim Trennversuch A befand sich das DEWAR-Gefäß, in dem die Flüssigkeit aufgefangen wurde (90 mm  $\varnothing$ ), in einem zweiten, mit flüssiger Luft

gefüllten DEWAR-Gefäß, um die Verluste durch Wärmezufuhr herabzusetzen. Beim Trennversuch der nach einem geringfügigen Umbau des Verflüssigers vorgenommen wurde, war dies nicht der Fall. Das DEWAR-Gefäß zum Auffangen der Flüssigkeit hatte hierbei einen Innendurchmesser von 120 mm. Hieraus würde eine stündlich verdampfte Neonmenge von  $29\text{ cm}^3$  (A) bzw.  $92,5\text{ cm}^3$  (B) resultieren.

Auf Vorschlag von Prof. Dr. F. X. EDER wurde die bei der Entmischung auftretende Wärmetönung nach  $\delta S = R \cdot \sum n_i \ln 1/n_i$  bzw.  $Q_0 = T_0 \cdot \delta S$  berechnet, wodurch ein Teil des verflüssigten Neons sofort wieder verdampft. (Diese Berechnungsart ist sicherlich zulässig, da SOMMERS und Mitarbeiter [2] bei ihren Experimenten mit  $\text{He}^3$ - $\text{He}^4$ -Gemischen fanden, daß selbst hier die klassische Rechnung die Mischungsentropie noch auf 10% genau liefert!) Dies ergibt eine stündlich verdampfte Neonmenge von  $73\text{ cm}^3$  (A) bzw.  $64\text{ cm}^3$  (B) (wegen des geringeren Gaseffizienten beim Trennversuch B).

Sodann wurde mit Hilfe des mitgeteilten  $I$ - $T$ -Diagramms von Neon die Flüssigkeitsausbeute für  $T_1 = 62^\circ\text{K}$ ,  $\Delta T_w = 1^\circ$  und  $p_h = 65\text{ Atm}$ . (A) bzw.  $p_h = 120\text{ Atm}$  (B) berechnet, wobei berücksichtigt wurde, daß der JOULE-THOMSON-Effekt  $\Delta T$  eines Gemisches kleiner als der der reinen Komponenten ist (Dies ergibt sich aus theoretischen Überlegungen und konnte aus den erwähnten Versuchen von ROEBUCK und OSTERBERG [1], [2] bestätigt werden. Hierüber wird später ausführlich berichtet.) (Es ist ja  $\varepsilon = \frac{I_4 - I_1}{I_4 - I_{fl.}} = \frac{\bar{C}_p \cdot \Delta T}{I_4 - I_{fl.}}$ .) Dabei ergab sich eine stündlich erzeugte Menge von flüssigen Neon von  $126\text{ cm}^3$  (A) bzw.  $154\text{ cm}^3$  (B).

Damit ergibt sich folgende Gesamtbilanz für die beiden Trennversuche:

	(A)	(B)
Erzeugt ( $\text{cm}^3/\text{h}$ )	$126 \pm 6$	154
Entmischungsverlust ( $\text{cm}^3/\text{h}$ )	$73 \pm 7$	64
Verdampfungsverlust ( $\text{cm}^3/\text{h}$ )	29	92,5
Aufgefangen ( $\text{cm}^3/\text{h}$ )	$24 \pm 13$	(-2,5)
Experiment ( $\text{cm}^3/\text{h}$ )	32	0

Innerhalb der angegebenen Genauigkeiten ( $I$ - $T$ -Diagramm 5%, Entmischungswärme 10%) lassen sich also die Ergebnisse der beiden Trennversuche zwanglos erklären.

Hiernach scheint es also wenig aussichtsreich, mittels eines Verflüssigers aus dem bei der Lufttrennung anfallenden He-Ne-Gemisch mit gutem Wirkungsgrad reines Neon zu gewinnen und das aus dem Verflüssiger abziehende Gemisch wesentlich mit Helium anzureichern, was eine Reingewinnung des Heliums wesentlich erleichtern würde. Es dürfte hierzu noch immer die Anwendung des Verfahrens von MEISSNER [24], [25] oder eines ähnlichen Verfahrens notwendig sein.

Das Edelgasgemisch wurde vom Sauerstoffwerk Berlin zur Verfügung gestellt.

#### Zusammenfassung

An Hand der thermodynamischen Messungen an Neon wurde ein  $I$ - $T$ -Diagramm von Neon konstruiert. Mittels dieses Diagramms konnte ein wenig erfolg-

her Trennversuch an einem He-Ne-Gemisch bedingend erklärt werden.

**Literatur.** [1] ROEBUCK, J. R. u. H. OSTERBERG: J. Chem. 8, 627 (1940). — [2] ROEBUCK, J. R. u. H. OSTERBERG: Amer. Chem. Soc. 60, 341 (1938). — [3] EDER, F. X., BERNDT u. W. KOEPPE: Exp. Techn. d. Physik 4, 138 (56). — [4] HIMPAN, J.: Mh. Chemie 85, 936 (1954), Chemie 86, 246 (1955). — [5] KAMMERLINGH-ONNES, H., A. CROMMELIN u. P. G. CATH: Comm. Leiden, C 151b; 14 (1917). — [6] CATH, P. G. u. H. KAMMERLINGH-ONNES: mm. Leiden, C 152 b; Vol. 14 (1917). — [7] CROMMELIN, C. A. R. O. GIBSON: Comm. Leiden, C 185b; Vol. 17 (1927). — [8] MATIAS, B. T., C. A. CROMMELIN u. H. KAMMERLINGH-ONNES: mm. Leiden, C 162 b; Vol. 15 (1922). — [9] MATHIAS, B. T. und Mitarb.: C. R. 176, 939 (1923). — [10] CLUSIUS, K. nach NOLDT-BÖRNSTEIN: 3. Aufl. Erg. Bd. I, S. 1221. — [11] CLUSIUS, K.: Z. phys. Chemie (B) 31, 459 (1936). — [12] HOOD, B. u. E. R. GRILLY: Rev. Sci. Instr. 23, 357 (1952). =

[13] CLUSIUS, K.: Z. ges. Kälteind. 39, 94 (1932). — [14] KESOM, W. H. u. J. A. VAN LAMMEREN: Comm. Leiden, C 234 c; Vol. 21 (1933—34). — [15] D'ANS-LAX: Taschenbuch f. Chemiker und Physiker, 2. Aufl., 1949. — [16] KAMMERLINGH-ONNES, H. u. C. A. CROMMELIN: Comm. Leiden, C 147 d; Vol. 14 (1915). — [17] CROMMELIN, C. A., J. PALACIOS MARTINEZ u. H. KAMMERLINGH-ONNES: Comm. Leiden, C 154 a, Vol. 14 (1919). — [18] HOLBORN, L. u. J. OTTO: Z. Physik 33, 1 (1925). — [19] HOLBORN, L. u. J. OTTO: Z. Physik, 38, 359 (1926). — [20] MICHELS, A. u. R. O. GIBSON: Ann. d. Physik 87, 850 (1928). — [21] MEISSNER, W.: Z. Physik 18, 12 (1923). — [22] KOEPPE, W. u. F. X. EDER: Exp. Techn. d. Physik 4, 26 (1956). — [23] SOMMERS, H. S., W. E. KELLER u. J. G. DASH: Phys. Rev. 92, 1345 (1953). — [24] MEISSNER, W.: Phys. Z. 29, 617 (1928). — [25] MEISSNER, W. u. K. STEINER: Z. ges. Kälteind. 39, 49 u. 75 (1932).

Dipl. Phys. W. KOEPPE,  
III. Physikalisches Institut der Humboldt-Universität  
zu Berlin.

## Amorphe Strukturen bei Polier- und Einlaufvorgängen

Von HANS RICHTER

Mit 14 Textabbildungen

(Eingegangen am 6. August 1956)

### Einleitung

Die Ergebnisse über den Aufbau fester amorpher Stoffe lassen es geeignet erscheinen, die Deutung der ruffte polierter Metalle erneut aufzugreifen. Dabei wird ausschließlich auf die früheren Polier-Versuche von GLOCKER [1] und RICHTER [2] mit Elektronenstrahlen, insbesondere auf die Untersuchungen an Sn und Pb und auf die Einlaufvorgänge bei einigen Legierungen eingegangen. Sämtliche hier wiedergegebenen Erfahrungen wurden bereits in den Jahren 1939/40 erten.

### I. Charakteristische Streubilder polierter Metalle

Poliert man Metalle auf Tuch, Leder u. a. mit oder ohne Poliermittel, im Vakuum, an Luft, unter Argon und flüssigen Kohlenwasserstoffen wie Pentan und n-Hexan, so erhält man bei stärkster Politur meistens Beugungsdiagramme nach Art der Abb. 1 und 2a (vgl. RICHTER u. Mitarb. [3] sowie RICHTER [2]). Die erste Interferenz mit  $d_0 \approx 4,50$  Å der Abb. 1 ist nach RICHTER [2] dem Vorhandensein von Öl- und Fettresten zuzuschreiben. Die Deutung der beiden weiteren verbreiterten Interferenzen in den Abb. 1 und 2a, die bei allen Elementen annähernd die gleichen Abstände  $d_1 \approx 2,40$  Å und  $d_2 \approx 1,30$  Å bzw.  $d_2/d_1 \approx 0,54$  aufweisen, macht erhebliche Schwierigkeiten.

Neben den obigen Poliermethoden verdient das Polieren auf Glas besonders hervorgehoben zu werden. Man poliert hier auf Glasscheiben verschiedener Körnung, und zwar ohne jedes Poliermittel, also lediglich durch Abrieb des Ausgangsmaterials. Bei diesem Verfahren werden zum Teil auch die Beugungsdiagramme der Abb. 1 und 2a erhalten, sehr häufig aber auch Streubilder mit ganz anderem Aussehen, wie sie in den Abb. 2b, 3 und 4 wiedergegeben sind. Abb. 2b erhält man nach Polieren von Ni auf Glas, mitunter auch an Mg und Zn. In Abb. 2b liegen Flächengitter-

Interferenzen<sup>1</sup> von  $\text{Ni}(\text{OH})_2$  mit der charakteristischen Intensitätsverteilung und Ringfolge vor ( $r_1/r_2 = d_2/d_1 = 1,52/2,50 \approx 1/3$ ). Auf der Reflexionsaufnahme der Abb. 2b tritt allerdings der Flächengittercharakter weniger deutlich zutage, auch ist das Radienverhältnis  $r_1/r_2$  geringfügig nach größeren Werten verschoben. Weiter konnte bei diesen Versuchen allein durch den Poliervorgang das kubische Ni in das hexagonale übergeführt werden. Schon diese zwei Beispiele (Fe und Ni) zeigen, daß das Streubild polierter Metalle, abweichend von KÖNIG [4], ein recht unterschiedliches Aussehen besitzt und sehr häufig eine Überlagerung verschiedener Strukturen darstellt.

Tabelle 1. Periodenwerte bei verschiedenen Polierverfahren

Methode	Stoff	$d_0$	$d_1$	$d_2$	$d_2/d_1$	$d_3/d_2$
Übliches Polierverfahren	Fe, Ni, Sn, Pb u. a.	$\approx 4,50$	$\approx 2,40$	$\approx 1,30$	$\approx 0,54$	—
Polieren auf Glas	Sn	—	3,10	1,72	0,55	0,70
	Pb	—	$\approx 3,30$	—	—	—
	Rose-Metall	—	3,22	1,77	0,55	—

Von besonderem Interesse sind die Versuche an Sn und Pb, wenn man diese Metalle auf Glas poliert. Dabei nimmt die polierte Sn-Fläche stellenweise eine bläulich-schwarze Färbung an. Die Streubilder nach Polieren von Sn und Pb sind in den Abb. 3 und 4 wiedergegeben. Das Polierbild von Pb ist zum Teil von den Interferenzen der Abb. 2a überlagert. Auffallend sind in Tab. 1 die veränderten Ringlagen beim Polieren auf Glas gegenüber denen, wie man sie beim üblichen Polierverfahren erhält, vor allem aber die Schärfe des innersten Interferenzringes (vgl. hierzu die Abb. 3 und 4). Diese Beugungsdiagramme haben hinsichtlich des Intensitätsverlaufes ganz das Aussehen eines Flüssig-

<sup>1</sup> Bei den gegebenen Abmessungen der Apparatur und der gewählten Spannung ist:  $2\theta \approx 40,0$  mm Å.

<sup>1</sup>  $\text{Zn}(\text{OH})_2$  kristallisiert hexagonal (CdJ-Typus,  $(aH)_a$ -Form  $\approx 3,13$  Å; vgl. RICHTER [13]).



keitsdiagrammes, wie es für den amorphen (nicht-kristallinen) Zustand charakteristisch ist.

## II. Ätz- und Temperungsversuche an Zinn

Das gleiche Streubild mit praktisch denselben Ringlagen und Intensitätsverhältnissen erhält man häufig auch bei geätzten Sn-Walzfolien sowie bei Sn-Aufdampfschichten, die kurzzeitig über den Schmelzpunkt erhitzt und rasch abgekühlt wurden. Es seien zunächst die Ätzversuche an Sn-Folien betrachtet. Solche Versuche liefern unmittelbar nach dem Ätzen sehr häufig das Beugungsdiagramm der Abb. 5a. Hier zeigt der innerste Ring die für Flächengitter-Interferenzen charakteristische Intensitätsverteilung; die

Tabelle 3. Periodenwerte bei Blei

Pb	$d_1$	$d_2/d_1$	$d_3/d_2$
Poliert . . . . .	$\approx 3,30$	—	—
In $\text{HNO}_3$ geätzt .	3,07	0,59	0,69
Flüssig . . . . .	2,90	0,54	0,68

Teil auch Streudiagramme nach Art der Abb. 5b, also mit Flüssigkeitscharakter und mit der scharfen (220)-Interferenz von Sn. Dieser Interferenzring ist nach Tempern der Ätzfolien meistens nicht mehr zu beobachten (vgl. Abb. 5c). Aufgeschmolzene und rasch abgekühlte Sn-Folien liefern ebenfalls Streubilder, wie sie in den Abb. 5b und c wiedergegeben sind. Die

Abb. 1. Eisen poliert.

Abb. 2a. Nickel poliert.

Abb. 2b. Nickel auf Glas poliert  
[Flächengitter-Form von  $\text{Ni}(\text{OH})_2$ ].Abb. 3. Zinn auf Glas poliert  
[Amorphes ( $\text{SnO} + \text{Sn}$ )].

Abb. 4. Blei auf Glas poliert.

Abb. 5a. Zinn in  $\text{HCl}$  frisch geätzt  
[Flächengitter-Form von  $\text{Sn}(\text{OH})_2$   
und amorphes ( $\text{SnO} + \text{Sn}$ )].Abb. 5b. Zinn geätzt oder kurzzeitig  
aufgeschmolzen und abgekühlt  
[Amorphes ( $\text{SnO} + \text{Sn}$ )].Abb. 5c. Zinn geätzt und getempert  
bei  $t \approx 100^\circ \text{C}$   
[Amorphes ( $\text{SnO} + \text{Sn}$ )].

weiteren Flächengitter-Interferenzen sind von einem überlagerten Flüssigkeitsdiagramm zugedeckt. Nach kurzzeitigem Erhitzen einer solchen Ätzfolie auf  $100^\circ \text{C}$  und höher zeigt das Streubild lediglich die drei verbreiterten Interferenzen der Abb. 5c, wie sie für den festen amorphen und flüssigen Zustand charakteristisch sind. Bei diesen Ätzversuchen erhält man zum

Tabelle 2. Periodenwerte bei Zinn

Sn	$d_1$	$d_2/d_1$	$d_3/d_2$	$d_4/d_3$
Poliert . . . . .	3,10	0,55	0,70	0,74
In $\text{HCl}$ geätzt . . . . .	3,05	0,54	0,69	—
Aufgeschmolzen und abgekühlt . . . . .	$2,94 \rightarrow 3,05$	0,54	0,69	—
Flüssig . . . . .	2,82	0,53	0,68	—

$d$ -Werte dieser Diagramme sind in Tab. 2 zusammengestellt. Die beobachteten Periodenwerte sind nach Abb. 6 von den Netzebenenabständen des tetragonalen weißen Sn deutlich verschieden (vgl. auch Abb. 3 mit 6). Hier liegt also nicht das weiße Sn in feinsten Verteilung vor (vgl. aber KRAUSE [5]). Beugungsversuche an aufgeschmolzenem Sn ergaben nach Abb. 7 die Flüssigkeitsperioden der Tab. 2; sie sind deutlich verschieden von denen der Polier-, Ätz- und Aufschmelzversuche mit nachfolgender rascher Abkühlung. Auf Grund dieser Verschiedenheit sind in beiden Fällen auch die Atomanordnungen verschieden. Falls in den untersuchten Sn-Schichten eine amorphe Form von Sn vorliegt, sollten sich diese durch eine Glühbehandlung im Vakuum in das gewöhnliche tetra-

nale Sn überführen lassen. Solche Umwandlungsversuche hatten aber nicht den gewünschten Erfolg, denn bei Glühprozessen im Vakuum ( $t = 225^\circ\text{C}$ ) bis hin an die Schmelztemperatur von Sn ( $t_{sch} = 232^\circ\text{C}$ ) blieb das amorphe Streubild der Abb. 5b bzw. c praktisch unverändert. Wurden die Sn-Folien in Luft geglüht, so änderte sich unterhalb  $t = 200^\circ\text{C}$  die Struktur ebenfalls nicht wesentlich. Erst bei An-

obere Hälfte sowie Tab. 5). Diese Temperungsversuche im Vakuum und an Luft zeigen, daß trotz gleicher Glühtemperatur ( $t = 225^\circ\text{C}$ ) die erhaltenen Streudiagramme voneinander völlig verschieden sind (vgl. Tab. 4). Bei dem Temperungsversuch an Luft hat erst die Gegenwart von Sauerstoff zur Bildung von feinkristallinem bzw. kristallinem SnO geführt. Es kann also, allein auf Grund der Glühversuche, das

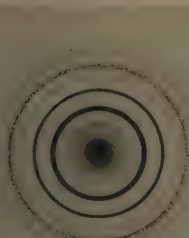


Abb. 6. Zinn kristallin.



Abb. 7. Zinn flüssig.

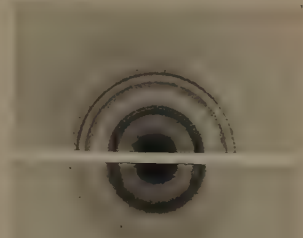


Abb. 8. Zinnoxid  
Obere Hälfte = kristallin,  
untere Hälfte = feinkristallin.



Abb. 9. Blei geätzt oder kurzzeitig  
aufgeschmolzen und abgekühlt  
[Amorphes ( $\text{PbO} + \text{Pb}$ )].



Abb. 10. Flächengitter-Interferenzen  
von  $\text{Mg}(\text{OH})_2$ .



Abb. 11a. ROSE-Metall nach Polieren  
auf Glas.



Abb. 11b. ROSE-Metall nach Einlaufen  
in der Verschleißmaschine.

berung an die Schmelztemperatur verloren die Ringe der Abb. 5b, c an Schärfe; sie wurden mit wachsender Glühbehandlung langsam größer und verwaschener, bis sie schließlich in Abb. 8 (untere Hälfte) der feinkristallinen Form von SnO zugeordnet werden konnten. Nach weiterer Glühbehandlung waren nur noch die äußeren Ringe von SnO zu beobachten<sup>1</sup> (vgl. Abb. 8,

feinkristalline SnO unmöglich von vornherein vorgelegen haben.

Zu demselben Ergebnis führt auch eine Vermessung der Ringdurchmesser für die innerste Interferenz in den Abb. 5b, c und 8 (untere Hälfte). Man stellt fest, daß in den Abb. 5b und c der innerste Ring erheblich kleiner als in Abb. 8 ist (Übergang von  $r_1 = 13,0$  auf  $13,8\text{ mm}$ ). Mit zunehmendem Anteil an feinkristallinem SnO wächst dieser Ring in Abb. 8 auf etwa  $13,8\text{ mm}$  an. Das amorphe Streubild von Abb. 3 bzw. 5b, c kann daher niemals durch ein Zusammenfließen der kristallinen Interferenzen von SnO gedeutet werden, wie es für Abb. 8 (untere Hälfte) zutrifft (vgl. RICHTER [2], aber auch RAETHER [3]).

<sup>1</sup> Es ist von RICHTER [2] (vgl. S. 425 und Fußn. 55) schon vorher in aller Deutlichkeit gesagt worden, daß die Temperung geätzten Sn-Folien bei  $t \approx 225^\circ\text{C}$  an Luft zu kristallinem SnO führt. Bereits damals wurden die Aufnahmen von Abb. 8 erhalten. Diese Interferenzringe sprechen eindeutig für das Vorliegen von kristallinem SnO; denn ihre Lagen und Intensitäten stimmen nach Tab. V mit den berechneten vollkommen überein.



Tabelle 4. Streudiagramme von Sn- und Pb-Folien nach Ätzen und anschließender Temperung

Sn-Folie	Befund
Nach Ätzprozeß Nach Tempern bei $t = 225^{\circ}\text{C}$ im Vakuum Nach Tempern bei $t = 225^{\circ}\text{C}$ an Luft	Amorphe Interferenzen von $(\text{SnO} + \text{Sn})$  Scharfe Interferenzringe von SnO
Pb-Folie	
Nach Ätzprozeß Nach Tempern bei $t > 300^{\circ}\text{C}$ im Vakuum Nach Tempern bei $t = 250^{\circ}\text{C}$ an Luft	Amorphe Interferenzen von $(\text{PbO} + \text{Pb})$  Scharfe Interferenzringe von $\text{PbO}_2$ und PbO

Nach dem obigen Ergebnis der Temperungsversuche ist andererseits das Vorliegen von  $\text{SnO}_2$  auszuschließen<sup>1</sup>.

Wegen der Identität der amorphen Streubilder bei Sn im Falle der Polierstruktur, der Ätzfolie und der aufgeschmolzenen Schicht mit nachfolgender Abkühlung muß in allen Fällen die gleiche nichtkristalline Struktur vorliegen (vgl. die Abb. 3 und 5a, b, c), die wegen ihres Überganges bei Temperung an Luft in das kristalline SnO diesem<sup>2</sup> sehr nahe stehen muß. Überraschend ist dabei, daß die Ergebnisse der Ätz- und Polierversuche einander so weitgehend entsprechen. Nach den bisherigen Untersuchungen über den Aufbau fester amorpher Stoffe stellt der Grundbaustein des Gitters auch für den amorphen Körper das Bauelement dar. Meistens besitzt der amorphe Körper die gleiche Ketten- oder Schichtbildung wie das zugehörige Gitter. Unter diesen Umständen ist es durchaus nicht verwunderlich, daß die innerste amorphe Interferenz ganz in der Nähe der stärksten Gitterinterferenz liegt oder zum Teil sogar mit ihr zusammenfällt (vgl. HENDUS [7] sowie RICHTER und FÜRST [8]). So findet man nach Abb. 5c bzw. Tab. 2 für die innerste amorphe Interferenz  $d_1 = 3,05\text{ Å}$  und für die stärkste kristalline Interferenz von SnO nach Abb. 8 (obere Hälfte) bzw. Tab. 5 den Wert  $d_{(101)} = 2,99\text{ Å}$ . Auch dieser Sachverhalt deutet auf das Vorhandensein von amorphem SnO hin. Liegt die feinkristalline Form von SnO vor, dann sind auch die starken und mittelstarken Gitterinterferenzen mitzuberechnenden, was nach Abb. 8 (untere Hälfte) zu einer deutlichen Verschiebung der innersten Interferenz von Abb. 5c führt (vgl. Abb. 5c mit 8, untere Hälfte). Neben diesem oft nur geringen Unterschied in den Interferenzlagen ist u. a. auch die Glühbeständigkeit der amorphen Stoffe mit ihrem häufig definierten Umwandlungspunkt (amorph-kristallin) ein wichtiges Kriterium für das Vorliegen einer nichtkristallinen Struktur.

Von den Abb. 5a, b, c ist Abb. 5a recht interessant; sie stellt nämlich die Überlage-

rung eines Flüssigkeits- und eines Flächengitter-Diagrammes dar. Diese Aufnahme spricht besonders gegen das Vorliegen eines Raumgitters mit seiner dreifach periodischen Atomanordnung. Auf Streubildern von frisch geätzten Sn-Folien beobachtet man sehr häufig (vgl. Abb. 5a), daß der innerste Interferenzring nach der Seite der kleinen Streuwinkel steil abfällt; ein Befund, der nach v. LAUE [9] auf das Vorliegen einer regellosen Anordnung gleichartiger Flächen-gitter (Flächengitterpulver, offensichtlich aus  $\text{Sn}(\text{OH})_2$  bestehend) hinweist. Nach Tempern der Folien zeigt die innerste Interferenz einen völlig symmetrischen Intensitätsverlauf (vgl. Abb. 5c), d. h. die Flächen-gitterstruktur der diskreten zweifach-periodischen Bereiche ist offensichtlich durch den Übergang:  $\text{Sn}(\text{OH})_2 \rightarrow \text{SnO} + \text{H}_2\text{O}$  verloren gegangen; dabei wird die Ausbildung der Raumgitterstruktur von SnO offenbar durch Fremdatome verhindert. Geätzte Pb-Folien zeigen diesbezüglich das gleiche Verhalten.

Nach oben ist das Flächengitter-Diagramm der Abb. 5a von einem Flüssigkeitstreubild überlagert. Es liegt also neben der Flächengitterstruktur von  $\text{Sn}(\text{OH})_2$  noch eine nichtkristalline Phase vor. Hierfür spricht auch die schwach verbreiterte und nicht zu einem Gitter gehörige Interferenz  $d_0 = 9,5$  bis  $10,2\text{ Å}$  bei sehr kleinen Streuwinkeln. Solche Interferenzmaxima wurden auch bei amorphem As, Sb und Se beobachtet (vgl. GEILING u. RICHTER [10] sowie RICHTER, BERCKHEMER u. BREITLING [11]). Ihre Lagen hängen offensichtlich mit der Größe der geordneten Bereiche innerhalb des amorphen Körpers zusammen (vgl. BOERSCH [12]); denn beim Lagern der nichtkristallinen Schichten, besonders der geätzten Pb-Folien, werden diese Interferenzen wegen des Wachstums der geordneten Bezirke nach noch kleineren Winkelwerten verschoben und beim Tempern verschwinden sie meistens.

Zusammenfassend läßt sich sagen: Die bei den verschiedenen Sn-Präparaten beobachtete amorphe Phase läßt sich nicht als die feinkristalline Form von Sn, auch nicht als die von SnO bzw.  $\text{SnO}_2$  deuten. Bei Temperung führt erst eine Sauerstoffaufnahme zur Kristallstruktur von SnO. Der amorphe Charakter der Polier-

Tabelle 5. Interferenzlagen von Zinnoxid  
( $a_{\text{tet.}} = 3,80\text{ Å}$ ,  $c/a = 1,27$ )

Indizes (hkl)	Inten- sität	d-Werte in Å				2r-Werte in mm			
		theoretisch <sup>1</sup>		experimentell <sup>2</sup>		theoretisch		experimentell	
		Kristallin	Feinkrist.	Kristallin	Feinkrist.	Kristallin	Feinkrist.	Kristallin	Feinkrist.
(001)	s	4,83	2,91	4,88	2,90	8,29	13,8	8,2	13,3
(101)	s st	2,99		2,99		13,43		13,3	
(110)	st	2,69		2,68		14,92		14,95	
(002)	s	2,42	1,64	2,41	1,67	16,58	24,43	16,6	19,7
(102)	s	2,04		2,03		19,66		19,7	
(200)	m	1,90		1,90		21,04		21,0	
(112)	st	1,80	1,12	1,80	1,08	22,26	35,68	22,2	24,0
(121)	s st	1,61		1,60		24,94		25,0	
(022)	m	1,49		1,49		26,77		26,8	
(113)	ss	1,38	1,03	1,37	1,03	28,97	38,8	29,1	38,8
(220)	ss	1,34		1,34		29,80		29,8	
(301)		1,23		1,22		32,64		32,7	
(222)		1,18	1,03	1,17	1,03	34,06	38,8	34,1	38,8
(312)		1,08		1,08		37,20		37,1	
(231)		1,03		1,03		38,83		38,8	

<sup>1</sup> Vgl. STEINHEIL [6].

<sup>2</sup> Vgl. RICHTER [2], S. 425, FuBn. 56; dort ist bereits eine Deutung in diesem Sinne gegeben worden.

<sup>1</sup> Vgl. WEISER u. MILLIGAN [24] sowie STRAUMANTS u. STRENG [25].

<sup>2</sup> Aus der Photometerkurve ermittelte Werte ( $2r \cdot d = 40,0\text{ mm} \cdot \text{Å}$ ).

ätz- und Aufschmelzstruktur<sup>1</sup> steht außer jedem Zweifel. Zu ihrer Deutung seien zunächst die analogen Versuche an Pb betrachtet; Pb verhält sich nämlich bei diesen Untersuchungen ähnlich wie Sn.

### III. Ätz- und Temperungsversuche an Blei

Pb liefert beim Ätzprozeß Streubilder vom Aussehen der Abb. 9. Die beobachteten Periodenwerte<sup>2</sup> sind in Tab. 3 zusammengestellt. Diese  $d$ -Werte sind

naue Untersuchung zeigt, kann das amorphe Streubild der geätzten Pb-Folie nicht durch eine bloße Verbreiterung einzelner Interferenzringe von PbO oder PbO<sub>2</sub> erklärt werden. Hinsichtlich der Temperungsversuche liegen hier die Verhältnisse ähnlich wie bei Sn (vgl. Tab. 4). In beiden Fällen bewirkt letztes Endes eine Sauerstoffaufnahme die Bildung des betreffenden Metalloxydes; denn bei fehlender Sauerstoffatmosphäre (Glühen im Vakuum) bleibt nach

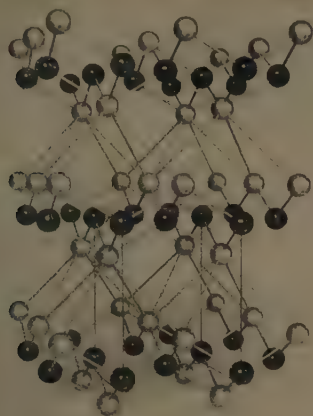


Abb. 12. Struktur des Zinnoxid-Gitters  
(Schichten als Unterverbände)  
● = O-Atome, ○ = Sn-Atome.

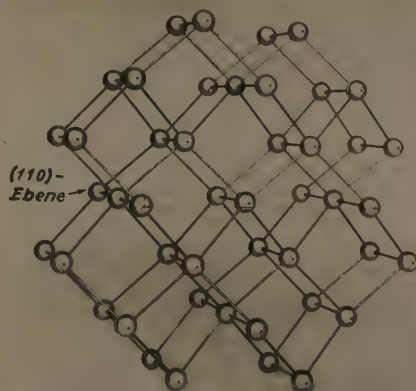


Abb. 13. Struktur des Zinn-Gitters  
(Schichten als Unterverbände).

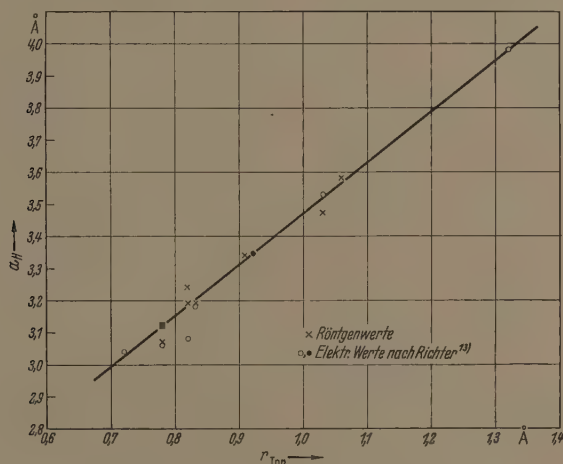


Abb. 14. Kantenlänge  $a_B$  von  $Me(OH)_2$  als Funktion des Ionenradius.

deutlich verschieden von denen des kristallinen Pb. Hier liegt also nicht das feinkristalline Pb vor. Glühversuche im Vakuum bis unterhalb der Schmelztemperatur von Pb ließen das amorphe Streubild der Pb-Ätzfolie nur noch deutlicher hervortreten. Beim Erhitzen an Luft auf  $t = 250^\circ \text{C}$  traten dagegen infolge Sauerstoffaufnahme die kristallinen Ringe von PbO<sub>2</sub> neben einzelnen Ringen von PbO auf. Wie die ge-

Tab. 4 bei zum Teil höherer Glüh-temperatur jede Bildung kristalliner Strukturen aus. In beiden Fällen kann daher niemals die feinkristalline Form des betreffenden Metalloxydes von vornherein vorliegen. Abweichend von Sn (vgl. Tab. 2) unterscheidet sich nach Tab. 3 der Polierwert von Pb beträchtlich vom Ätzwert.

Nach dieser Tabelle sind die Periodenwerte der Ätz- und Polierstruktur von Pb deutlich verschieden von denen des flüssigen Pb, d. h. die Atomanordnung in diesen Strukturen ist von der des flüssigen Pb verschieden. Andererseits muß es sich aber bei den amorphen Interferenzen der Abb. 4 und 9 um eine

<sup>1</sup> Mit anschließender Abkühlung.

<sup>2</sup> Der Periodenwert der innersten Interferenz (sehr kleiner Streuwinkel) mit  $d_0 = 7,0$  bis  $8,3 \text{ Å}$ , der wie bei den Sn-Schichten beim Tempern verschwindet, ist in Tab. 3 ebenfalls fortgelassen.



nichtkristalline Phase handeln, da sie beim Tempern im Vakuum bis nahe an den Schmelzpunkt von Pb ( $t_{sch} = 327,4^\circ \text{C}$ ) beständig ist, aber beim Glühen an Luft bereits bei  $t = 250^\circ \text{C}$  unter Sauerstoffaufnahme vornehmlich in das kristalline  $\text{PbO}_2$  übergeht. Damit steht der amorphe Charakter der untersuchten Schichten auch hier fest, obwohl die Struktur selbst noch unbekannt ist.

Vergleicht man die Resultate der Ätzversuche von RICHTER [2], die an einer ganzen Reihe von Metallen durchgeführt wurden, so fällt auf, daß sich bezüglich der erhaltenen Beugungsbilder die Elemente Sn und Pb etwas abweichend verhalten. Während die Metalle  $\text{Me} = \text{Cu}, \text{Ni}, \text{Fe}, \text{Cd}, \text{Zn}, \text{Mg}$  u. a. zum Teil schon beim Polieren auf Glas (vgl. Abb. 2b) typische Flächengitter-Diagramme von  $\text{Me}(\text{OH})_2$  mit ihrer charakteristischen Ringfolge (vgl. Abb. 10, Radienquadrate  $= 1:3:4:7:9:12$  usw.; vgl. auch RICHTER u. KNÖDLER [13], Abb. 26a) liefern, ergeben Sn und Pb im allgemeinen Streubilder mit ausgesprochenem Flüssigkeitscharakter, also im wesentlichen drei Beugungsringe mit der bekannten Intensitätsverteilung (vgl. die Abb. 5b, c und 9 mit Abb. 7). Lediglich unmittelbar nach dem Ätzprozeß erhält man auch hier die Flächengitter-Interferenzen von  $\text{Sn}(\text{OH})_2$  und  $\text{Pb}(\text{OH})_2$ . So fällt in Abb. 5a der innerste Ring nach innen scharf ab, allerdings ist er bereits von dem Flüssigkeitsdiagramm des Ätzvorganges überlagert, so daß die weiteren und wesentlich schwächeren Flächengitter-Interferenzen von  $\text{Sn}(\text{OH})_2$  bzw.  $\text{Pb}(\text{OH})_2$  nicht mehr zu beobachten sind. Die Flächengitter-Diagramme von  $\text{Me}(\text{OH})_2$  (vgl. Abb. 10) kommen durch das Vorliegen der Flächengitterform der C 6-Struktur (CdJ-Typus) zustande. In der Raumgitterstruktur C 6 kristallisieren normalerweise die Metallhydroxyde  $\text{Me}(\text{OH})_2$ . Diese Raumgitterstruktur bildet sich aber hier, offensichtlich behindert durch Fremdatome, nicht aus, sondern es entsteht deren  $\alpha$ -Form. In den Ätzfolien liegt also eine weitgehend regellose Lagerung von einzelnen hexagonalen Basisflächen der C 6-Struktur, der Raumgitterstruktur von  $\text{Me}(\text{OH})_2$ , vor. Die aus den Flächengitter-Interferenzen des Ätzprozesses für die verschiedenen Elemente ermittelten  $a_H$ -Werte sind in Abb. 14 als Funktion des Ionenradius aufgetragen. Die für  $\text{Pb}^{++}$  und  $\text{Sn}^{++}$  gefundenen Radienwerte<sup>1</sup> stimmen mit den theoretischen bestens überein.

Es ist mehrfach versucht worden (vgl. RAETHER [3]) die schwach verbreiterten Interferenzen der Abb. 1 und 2a durch ein Zusammenfließen der kristallinen Interferenzen der betreffenden Metalloxyde zu deuten. Bei poliertem Sn, wo man neben Abb. 3 auch die Abb. 1 und 2a erhält, ist für diese Diagramme die obige Interpretation wegen der Verschiedenheit der Interferenzlagen von denen des feinkristallinen SnO und  $\text{SnO}_2$  auszuschließen; ganz ähnlich werden die Verhält-

nisse zum Teil auch bei anderen Elementen liegen. Aus die geringe Verwaschenheit der Polierinterferenzen und ihre starke seitliche Schwächung (ebene Oberflächen schicht) in den Abb. 1 und 2a sei hier mit Nachdruck hingewiesen.

#### IV. Deutung der Polier-, Ätz- und Aufschmelzversuche bei Zinn und Blei

Wie sind nun die Flüssigkeitsdiagramme der Abb. 1 und 5b, c sowie 4 und 9, die man beim Polieren, Ätzen und Aufschmelzen mit rascher Abkühlung von Sn und Pb erhält, zu deuten?

Nach den obigen Ausführungen liegen hier nicht die glasig erstarrten Metallschmelzen von Sn und Pb vor, vielleicht aber deren Oxyde in der amorphen Form, die durch Wasserabgabe unmittelbar aus  $\text{Sn}(\text{OH})_2$  bzw.  $\text{Pb}(\text{OH})_2$  entstehen. Betrachtet man die Gitterstrukturen der Oxyde von Sn und Pb, so stellt man fest, daß SnO und PbO (rot) sowie  $\text{SnO}_2$  und  $\text{PbO}_2$  jeweils die gleiche tetragonale Kristallstruktur besitzen. Weiter läßt sich nach Abb. 12 die Struktur von SnO und PbO als eine ausgesprochene Schichtstruktur mit der (001)-Ebene als Schicht- bzw. Gleitebene auffassen, d. h. das Gitter baut sich aus einzelnen SnO- bzw. PbO-Schichten mit Molekülcharakter auf, die durch VAN DER WAALSsche Kräfte ( $\text{Sn} \longleftrightarrow \text{Sn} = \text{bzw. Pb} \longleftrightarrow \text{Pb} = \text{Bindung}$ ) miteinander verbunden sind. Die Schichten ihrerseits kann man sich nach Abb. 12 durch eine gesetzmäßige Verknüpfung von verzerrten  $\text{Sn}_4\text{O}$ - bzw.  $\text{Pb}_4\text{O}$ -Tetraedern aufgebaut denken, wobei durch die besondere Art der Verknüpfung jedes Sn- bzw. Pb-Atom zu vier Tetraedern gehört. Als Grundbaustein des SnO- bzw. PbO-Gitters zeichnet sich hier das  $\text{Sn}_4\text{O}$ - bzw.  $\text{Pb}_4\text{O}$ -Tetraeder ab. Dieses innen-zentrierte Tetraeder bildet analog den Überlegungen bei Ge (vgl. GLOCKER [14], RICHTER u. Mitarb. [8] u. [15]) sicherlich auch das konstruktive Element für die amorphe Phase von SnO bzw. PbO.

Den Aufbau der amorphen Struktur, die zu den Abb. 5b und c mit der scharfen (220)-Interferenz<sup>1</sup> von Sn führt, hat man sich wie folgt vorzustellen. Zunächst sei das Auftreten des (220)-Ringes als einzigen Ringes des Sn-Gitters erklärt. Beim Tempern der Sn-Schichten bei höheren Temperaturen setzt eine Oxydation ein, d. h. O-Atome diffundieren in das Gitter ein. Hierdurch geht der normale Aufbau des Sn-Gitters verloren, nur die (110)-Ebenen behalten eine gewisse Stabilität; das Gitter wird nämlich zu einer Folge paralleler (110)-Ebenen abgebaut. So zeigt das Sn-Gitter in seiner gestörten Form eine ausgesprochene Schichtstruktur mit der (110)-Ebene<sup>2</sup> als Schicht- bzw. Gleitebene (vgl. Abb. 13 sowie MARK und POLANYI [17]). Dieses Schichtmodell leitet sich also aus dem Sn-Gitter dadurch ab, daß die (110)-Ebenen bei geringer Streuung des Netzebenenstandes  $d_{(110)/2} = 2,06$  bis  $2,12 \text{ \AA}$ , also bei zum Teil geringer Aufweitung des ursprünglichen Gitters in der a- und b-Richtung, parallel zueinander verschoben sind. Die einzelnen Sn-Kristallbereiche der Ausgangsfolie werden somit beim Tempern in Schichtpakete mit beliebiger Parallel-

<sup>1</sup> Dieser Ring ist nach RICHTER [2] sowie HENDUS [16], wenn auch schwach, im Streubild des flüssigen Sn ebenfalls vorhanden.

<sup>2</sup> In Übereinstimmung mit MARK und POLANYI [17] ist in seltenen Fällen auch die (100)-Ebene als Gleitebene in geringem Ausmaße vorhanden.

<sup>1</sup> Vgl. LANDOLT-BÖRNSTEIN I/4 (1955). Hier ist der Ionenradius für  $\text{Pb}^{++}$  von GOLDSCHMID (1926) zu  $r = 1,32 \text{ \AA}$  und für  $\text{Sn}^{++}$  von STOCKAR (1950) und AHRENS (1952) zu  $r = 0,94$  bzw.  $0,93 \text{ \AA}$  angegeben. Experimentell findet man mit  $[d(100)]$   $\text{Pb}(\text{OH})_2 = 3,45 \text{ \AA}$  bzw.  $a_H = 3,98 \text{ \AA}$  für  $\text{Pb}^{++}$  nach Abb. 14:  $r = 1,32 \text{ \AA}$  und mit  $[d(100)]$   $\text{Sn}(\text{OH})_2 = 3,34$  bzw.  $a = 3,34 \text{ \AA}$  für  $\text{Sn}^{++}$  ebenfalls nach Abb. 14:  $r = 0,92 \text{ \AA}$ . Um Übereinstimmung mit den von STOCKAR und AHRENS für  $\text{Sn}^{++}$  angegebenen Radienwerten zu erreichen, mußte für  $\text{Sn}(\text{OH})_2$  eine orthogonale Struktur angenommen werden. Bei Annahme einer hexagonalen Struktur erhält man dagegen  $a_H = 3,85 \text{ \AA}$  und damit nach Abb. 14 den zu großen Ionenradius-Wert  $r = 1,24 \text{ \AA}$ .

schiebung der (110)-Ebene als Gleitebene überführt. Eine solche Verschiebung hat bei regelloser Lagerung der Schichtpakete zur Folge, daß sich vom röntgenstreuendiagramm des tetragonalen weißen Sn (vgl. Abb. 6) lediglich der mittelstarke (220)-Ring<sup>1</sup> mit  $d = 2,06 \text{ \AA}$  abzeichnet. In den betrachteten Schichten liegen die Verhältnisse ähnlich wie bei der hochdispersen Kohle (Graphit). Beim Graphit ist die (110)-Ebene, beim Sn die (110)-Ebene Gleitebene. Senkrecht zu beiden Ebenen beträgt der Schichtabstand im Gitter  $d_{001,2} = c_H/2 = 3,34 \text{ \AA}$  bzw.  $d_{(110)} = 2,06 \text{ \AA}$ . Von den (*hkl*)-Interferenzen des Raumgitters zeichnet sich wegen der parallelen Folge der Gleitebenen im Streubild von Graphit bzw. Sn lediglich die (220)- bzw. (220)-Interferenz ab. Die Flächengitterinterferenzen (*hko*) von Sn sind in Abb. 5b allerdings nicht zu beobachten, denn sie sind wesentlich schwächer als die Raumgitterinterferenzen (220) und zudem in einem ausgeprägten Flüssigkeitsdiagramm überlagert.

Mit fortschreitender Oxydation werden die Sn-kristallbereiche teilweise aufoxydiert. Dabei entsteht (vgl. Abb. 5b bzw. c) nicht das kristalline SnO, sondern seine amorphe Form, d. h. es liegen Einzelschichten von SnO mit beliebiger Parallellagerung und gegenseitiger Verknüpfung durch Übergangsgebiete vor. Die nichtoxydierten Sn-Bereiche<sup>2</sup> blockieren vollständig die Ausbildung des normalen SnO-Gitters. In den untersuchten Schichten der Abb. 5b und c liegt also in kleinsten Bereichen eine amorphe Form mit der Zusammensetzung (SnO + Sn) vor. In Abb. 5c zeichnet sich wohl die (220)-Interferenz von Sn nicht ab, doch ist auch in diesen Schichten, wie die obigen Ätzversuche<sup>2</sup> zeigen, nichtoxydiertes Sn vorhanden. Die Sn-Bereiche sind hier offenbar so klein, daß an Stelle des scharfen (220)-Ringes (vgl. Abb. 5b) nach der DEBYESchen [18] Streuformel ein breites erstes Interferenzmaximum liefern, das jetzt aber in der Nähe des ersten amorphen SnO-Ringes liegt und wegen geringer Intensität in Abb. 5c nicht zu beobachten ist. Die Verschiebung der amorphen Interferenzringe nach größeren *r*-Werten bei den Aufschmelz- und Abkühlungsversuchen (vgl. Tab. 2, Zeile 4) dürfte wohl durch das gleichzeitige Vorhandensein von feinkristallinem SnO zu erklären sein.

In den untersuchten Schichten der Abb. 5b liegt also in kleinsten Bereichen eine amorphe Form von (SnO + Sn) vor. Ob beide Komponenten in steter Verknüpfung miteinander oder voneinander getrennt vorkommen, kann hier nicht entschieden werden. Wie auch immer sei, wesentlich ist, daß die SnO- sowie die Sn-Schichten eine ausgeprägte Schichtbildung zeigen. Die gleiche nichtkristalline Struktur entsteht auch beim Ätzen und Polieren von Sn. Beim Poliervorgang orientieren sich die SnO- bzw. Sn-Schichten, so die (001)- bzw. (110)-Ebenen des jeweiligen Gitters,

parallel zur makroskopischen Oberfläche. Auf dieser Schichtbildung und ihrer Parallel-Lagerung beruhen offensichtlich die bekannten Gleiteigenschaften von weißem Sn. Die obigen Überlegungen führen also in Übereinstimmung mit dem Experiment zu einer nichtkristallinen, amorphen Phase mit der Zusammensetzung (SnO + Sn), und machen zudem die guten Gleiteigenschaften von Sn verständlich.

Bei Pb liegen die Verhältnisse völlig analog. Das gleichartige Verhalten von Sn und Pb bei den Polier-, Ätz- und Aufschmelzversuchen ist wesentlich durch die gleiche Gitterstruktur von SnO und PbO bedingt. Damit dürfte für Sn und Pb die amorphe Polierstruktur mit der Zusammensetzung (SnO + Sn) bzw. (PbO + Pb) als gesichert gelten.

#### V. Polier- und Einlaufversuche an Legierungen

Die amorphe Polierschicht bei Sn und Pb ist keinesfalls auf die Elemente beschränkt; denn auch binäre, ternäre und quaternäre Legierungen aus den als Lagermetalle bekannten Elementen wie Sn, Pb, Bi, Cd u. a. liefern beim Polieren auf Glas und beim Einlaufvorgang amorphe Oberflächenschichten. Hierbei ändert sich die Ringlage der Interferenzen entsprechend der Anordnung und dem Raumbedarf der Atome.

Eine Sn-Pb-Legierung mit 40% Pb lieferte beim Polieren auf Glas eine innerste Interferenz bei  $(d_1)_{Leg} = 3,24 \text{ \AA}$ . Entsprechend dem größeren Atomradius von Pb ist der Periodenwert von poliertem Sn mit  $(d_1)_{Sn} = 3,10 \text{ \AA}$  im Streubild der Legierung: Sn-Pb nach  $(d_1)_{Leg} = 3,24 \text{ \AA}$  verschoben; er liegt also nahe bei dem *d*-Wert von poliertem Pb mit  $(d_1)_{Pb} \approx 3,30 \text{ \AA}$  (vgl. die Tab. 2 und 3).

Rasch entsteht die amorphe Polierstruktur bei den niedrig schmelzenden Legierungen wie ROSE- und LIPOWITZmetall<sup>3</sup>, aber auch beim Weißlagermetall konnte die Existenz der amorphen Oberflächenschicht nachgewiesen werden. Die Aufnahmen von einer auf Glas polierten (vgl. Abb. 11a) und einer in der Verschleißmaschine mit Ölschmierung eingelaufenen Probe aus ROSE-Metall (vgl. Abb. 11b) sind praktisch dieselben. Der Einlaufvorgang hat also die Entstehung amorpher Oberflächenschichten von oxydischer Konstitution zur Folge. Damit ergibt sich für die Gleitlager-Technik die Notwendigkeit, die Bildung solcher amorpher Schichten zu begünstigen. In der äußersten Oberflächenschicht beschränkt sich die amorphe Struktur mitunter auf sehr kleine Bereiche, die von kristallinen Bezirken des Ausgangsmaterials umgeben sind.

Auf Grund reiner Erfahrung finden Sn und Pb zur Herstellung von Lagermetallen seit langem eine ausgedehnte Verwendung. Der Polier- und Einlaufvorgang führt auch hier zur Bildung von Schichtpaketen der Zusammensetzung (SnO + Sn) und (PbO + Pb) sowie zu deren Lagerung parallel zur Oberfläche. Amorphe Oberflächenschichten begünstigen danach die Gleitvorgänge. Als Einlagerungsmetalle können auch geringe

<sup>1</sup> (siehe Tabelle):

Metalllegierung	Zusammensetzung	Schmelzpunkt
ROSE-Metall	Sn : Pb : Bi = 1 : 1 : 2	94° C
LIPOWITZ-Metall	Cd : Sn : Pb : Bi = 3 : 4 : 8 : 15	60° C
WOODSches Metall	Cd : Sn : Pb : Bi = 1 : 1 : 2 : 4	71° C

<sup>1</sup> Bei bloßer Orientierung des Sn-Gitters mit der [001]-Richtung parallel zum einfallenden Strahl müßte u. a. vor allem die sehr starke (200)-Interferenz ( $d = 2,91 \text{ \AA}$ ) entgegen dem experimentellen Befund zu beobachten sein.

<sup>2</sup> Nichtoxydiertes Sn ist in den Polier-, Ätz- und Aufschmelzschichten mit rascher Abkühlung immer vorhanden, wenn erst eine Temperung an Luft führt zu feinkristallinem bzw. kristallinem SnO.

<sup>3</sup> Mit  $x = ksa = \frac{2\pi}{\lambda} \cdot 2 \sin \vartheta \cdot a = 7,705$  und  $a_{Sn} = 3,38 \text{ \AA}$  ergibt sich  $2r = 14,5 \text{ nm}$ .



Zusätze von Cu, Cd, Zn u. a. dienen, sie führen ebenfalls zur Entstehung nichtkristalliner Strukturen (vgl. auch OPITZ [19] sowie BÜCKEL [20]).

Die Polierversuche, speziell an Sn und Pb zeigen, daß der Poliervorgang nicht in jedem Falle nur eine starke Kornzerkleinerung zur Folge hat (vgl. RAETHER [3]), sondern daß er darüber hinaus den Übergang der äußersten Oberflächenschicht in einen nichtkristallinen Zustand bewirkt. Vermutlich erzeugt der Polierprozeß bei vielen Metallen eine amorphe Oberflächenschicht von sehr geringer Dicke und mit zum Teil recht komplexem Charakter. Der Grundbaustein des Ausgangsmaterials, besonders seines Oxydes, bildet dabei auch das Bauelement für die amorphe Oberflächenschicht. Überlegungen von BEILBY [21] verlangen für den Polierprozeß ebenfalls die Existenz einer amorphen Phase. Danach soll die äußerste Oberflächenschicht des Ausgangsmaterials beim Polieren in einen festen amorphen Zustand mit der Atomanordnung der zugehörigen Metallschmelze übergeführt werden. Für die Existenz einer solchen quasiflüssigen Phase liegen bis heute keinerlei überzeugende Beweise vor. Die hier beobachtete Polier- und Einlaufschicht ist hinsichtlich der Atomanordnung nicht mit der quasiflüssigen, nichtkristallinen Oberflächenschicht BEILBYS [21] identisch; sie steht vielmehr in enger Beziehung zum Gitter des Ausgangsmaterials, insbesondere zu dessen Oxyden und Oxydhydraten. So finden die Ergebnisse der früheren Polier- und Einlaufversuche im Lichte der heutigen Vorstellungen über den Aufbau des festen amorphen Körpers eine neue und sinnvolle Deutung.

Nach der Methode der Elektronenbeugung konnte bis heute die BEILBY-Schicht, die glasig erstarrte Flüssigkeitsstruktur bearbeiteter Metalle, nicht nachgewiesen werden, obwohl die obige Schichtstruktur von Sn vielleicht einen ersten Schritt in dieser Richtung darstellt. Neuere Untersuchungen bedienen sich zum Nachweis und zur Abschätzung der Dicke der BEILBY-Schicht der Elektronenmikroskopie (vgl. YAMAGUCHI [22] und PINSKER [23]).

#### Zusammenfassung

Die Ergebnisse der früheren Polier- und Einlaufversuche von GLOCKER und RICHTER werden im Rahmen der neuen Vorstellungen über den Aufbau des festen amorphen Körpers diskutiert. Dabei zeigt sich, daß beim Polieren von Sn sowie Pb auf einer Glasscheibe geeigneter Körnung eine amorphe Ober-

flächenschicht der Zusammensetzung ( $\text{SnO} + \text{Sn}$ ) bzw. ( $\text{PbO} + \text{Pb}$ ) entsteht. Diese amorphe Schicht erhält man auch beim Ätzen von Sn- und Pb-Folien sowie beim kurzzeitigen Aufschmelzen von Sn-Folien im Vakuum mit nachfolgender rascher Abkühlung. Binäre, ternäre und quaternäre Legierungen aus Sn, Pb, Bi, Cd u. a. sowie das Weißlagermetall (Zn, Sb und Cu) liefern beim Polieren auf Glas und bei Einlaufversuchen in der Verschleißmaschine mit Ölschmierung ebenfalls nichtkristalline Oberflächenschichten. Die hier beobachtete amorphe Struktur des Polier- und Einlaufvorganges ist nicht mit der glasig erstarrten Flüssigkeitsschicht des Ausgangsmaterials (BEILBY-Schicht) identisch; sie steht vielmehr in enger Beziehung zum Gitter des Ausgangsmaterials, insbesondere zu dessen Oxyden und Oxydhydraten.

Diese Arbeiten wurden von der Deutschen Forschungsgemeinschaft unterstützt; ihr sei hierfür bestens gedankt.

**Literatur.** [1] GLOCKER, R.: Schriften d. Deutschen Akad. d. Luftfahrtforschung, Heft 52 (1942). — [2] RICHTER, H.: Phys. Z. **44**, 406 (1943), Phys. Z. **44**, 456 (1943). — [3] RAETHER, H.: Z. Physik **78**, 527 (1932), Z. Physik **86**, 82 (1933), Optik **1**, 296 (1946), Fiat-Bericht **8**, 109 (1947), Nature (London) **161**, 311 (1948), Z. Physik **124**, 286 (1948), Z. Naturforsch. **4a**, 582 (1949). KRANERT, W. u. H. RAETHER: Ann. d. Phys. **43**, 520 (1943). KRANERT, W., K. H. LEISE u. H. RAETHER: Z. Physik **122**, 248 (1944). KRANERT, W. u. H. RAETHER: Z. Naturforsch. **1**, 512 (1946). — [4] KÖNIG, H.: Optik **3**, 201 (1948). — [5] KRAUSE, R.: Wissenschaftl. ZS. d. Karl-Marx-Univ., Leipzig **3**, 405 (1953/54). — [6] STEINHEIL, A.: Ann. d. Phys. **19**, 465 (1934). — [7] HENDUS, H.: Z. Physik **119**, 265 (1942). — [8] RICHTER, H. u. O. FÜRST: Z. Naturforsch. **6a**, 38 (1951). — [9] LAUE, M. v.: Z. Kristallographie **82**, 127 (1932). — [10] GELLING, S. u. H. RICHTER: Acta Cryst. **2**, 305 (1949). — [11] RICHTER, H., H. BERCKHEMER u. G. BREITLING: Z. Naturforsch. **9a**, 236 (1954). — [12] BOERSCH, H.: Z. Physik **119**, 154 (1942). — [13] RICHTER, H. u. H. KNÖDLER: Z. Naturforsch. **9a**, 147 (1954). — [14] FÜRST, O., R. GLOCKER u. H. RICHTER: Z. Naturforsch. **4a**, 540 (1949). — [15] RICHTER, H. u. G. BREITLING: Z. Naturforsch. **6a**, 721 (1951). RICHTER, H., G. BREITLING u. F. HERRE: Z. Naturforsch. **9a**, 390 (1954). — [16] HENDUS, H.: Z. Naturforsch. **2a**, 505 (1947). — [17] MARK, H. u. M. POLANYI: Z. Physik **18**, 75 (1923), Z. Physik **22**, 200 (1924), Naturw. **11**, 256 (1923). — [18] DEBYE, P.: Ann. d. Physik **46**, 809 (1915). — [19] OPITZ, W.: Z. Physik **141**, 263 (1955). — [20] BÜCKEL, W.: Z. Physik **138**, 136 (1954). — [21] BEILBY, G.: Aggregation and flow of solids, London, 1921. — [22] YAMAGUCHI, S.: Z. Physik **140**, 577 (1955). — [23] PINSKER, Z. G.: Electron Diffraction, London, Butterworths Scientific Publications, 1953. — [24] WEISER, H. B. u. W. O. MILLIGAN: Journ. Phys. Chem. **36**, 3039 (1932). — [25] STRAUMANIS, M. u. C. STRENK: Z. anorg. u. allg. Chem. **213**, 301 (1933).

Professor Dr. HANS RICHTER.

Röntgeninstitut der Technischen Hochschule Stuttgart.

## Eine Projektionsuhr mit übersichtlichem System der Zeitanzeige\*

Von U. ADELSBERGER, G. OHL und R. SÜSS

Mit 7 Textabbildungen

(Eingegangen am 14. Juli 1956)

Die bisherige Ausführung ortsfester Uhren mit Zifferblatt und Zeigern bietet nicht immer die wünschenswerte Klarheit und Sicherheit der Ablesung der Uhrzeit. Die Ziffern und Zeiger ergeben zuweilen in bestimmten Stellungen, bei künstlicher Beleuchtung

oder auf größere Entfernung ein schwer erkennbares Bild. Das, was gerade dringend gebraucht wird, Übersichtlichkeit der Zeitanzeige und Erkennbarkeit auf einen Blick, kann so nicht leicht erfüllt werden; ein anderes System der Zeitanzeige, das an einer Projektionsuhr verwirklicht würde, soll daher im folgenden beschrieben werden.

\* Amtliche Mitteilung aus der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt.

In der Praxis sind bisher verschiedene Wege bestritten worden. Ein modernes Zifferblatt enthält B. weniger Zeichen und Striche; auch hat man die Zifferung fast ganz fortfallen lassen, da sie zu beunruhigt ist. Ferner gibt es technische Ausführungsformen eines Zeitzählwerkes, welches mit den ersten 12 Ziffern Stunden, mit den letzten beiden Ziffern Minuten anzeigt. Doch diese Vierergruppe entbehrt der Klarheit und kann nicht schnell aufgefaßt und abgelesen werden. Jeder Ableseentfernung angepaßt werden. Die Uhr verläßt dabei den gewohnten Rahmen, der von dem Gerät mit so langer geschichtlicher und so erfolgreicher technischer Entwicklung wie dem Zeitzähler verlangt werden muß.

Hier galt es, ein System zu finden, das die Mängel der bisherigen Zeitanzeige vermeidet, ohne doch wesentlich den altgewohnten und vertrauten Anblick der Uhr zu verlassen.

Das allgemeine Prinzip der neuen Anordnung besteht darin, die Stunden durch die gegenseitige geometrische, durch einen Vektor darstellbare Lage zweier Anzeigeelemente anzugeben, deren Ort zeitlich in bestimmter Weise veränderlich ist. Das eine Anzeigeelement enthält eine zweistellige Zifferngruppe für die Minutenangabe, das andere, Bezugsanzeigeelement genannt, kann die Sekundenangabe in Form eines sich drehenden Rades, Zeigers, Lichtpunkts oder dergleichen übernehmen, wobei auch Bruchteile der Minute bzw. der Sekunde in gleicher Weise oder durch weitere Elemente sichtbar gemacht werden können.

Für die Anordnung selbst ergeben sich grundsätzlich zweierlei naheliegende Typen. Entweder wandert das Bezugsanzeigeelement um die zentrale feststehende Minutendoppeltziffer, z. B. im Uhrzeigersinn bei rückwärtiger stündlicher Drehbewegung um jeweils 30 Winkelgrade, herum (Abb. 1), oder umgekehrt die Minutendoppeltziffer in gleicher Weise um das zentrale feststehende Bezugsanzeigeelement (Abb. 2). Stark eingezeichnet ist in beiden Abb. die Stellung „13 Uhr 38“. Um das Zentrum herum sind 12 Fächer zu denken (11 sind gestrichelt angedeutet); jedes Fächer einer Stunde zugeordnet. Jeweils nach Ablauf einer vollen Stunde rückt das in Abb. 1 außerhalb des Zentrums gelegene Bezugsanzeigeelement, bzw. die in Abb. 2 außerhalb des Zentrums gelegene Minutendoppeltziffer, beim Übergang der Minutenziffer von 9“ zu „00“ um jeweils 1 Fach = 30 Winkelgrade im Uhrzeigersinn weiter.

Die Zeitanzeige kann entweder in optischer Projektion sichtbar gemacht oder auch in rein mechanischer Form, z. B. durch geeignete Kombination einer sich drehenden Scheibe mit Fenster einerseits und Ziffernblättern andererseits, ausgeführt werden. Im Rahmen dieser Arbeit soll jedoch nur auf die Projektionsausführung eingegangen werden.

Im Falle der optischen Projektion des Bildes wird eine Verschiebung um 30° durch Drehung eines, dem äußeren nicht zentralen Lichtweg vorgeschalteten kreisförmigen Keiles (Glas, Plexiglas) mit ebenen Benutzungsflächen und passend gewähltem Keilwinkel durch Drehung einer entsprechend angeordneten Umlenkvorrichtung bewirkt. Das feststehende Anzeigeelement kann z. B. durch eine zweite Projektionseinrichtung oder in anderer Weise sichtbar gemacht werden.

Der Projektion auf eine passend gewählte helle Grundfläche oder auf einen sonstigen geeigneten, ge-

gebenenfalls zur Vermehrung der Lichtreflexion präparierten Untergrund in Auflicht steht die wahlweise zu benutzende Möglichkeit einer Projektion auf eine in die Wand oder ein Gehäuse eingelassene Mattscheibe in Durchlicht gegenüber. Die Vergrößerung ist dabei in weiten Grenzen wähl- und einstellbar.

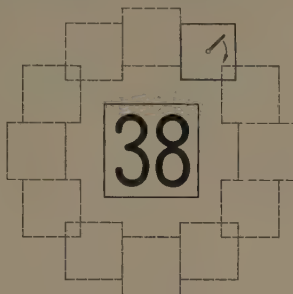


Abb. 1. System der Zeitanzeige mit feststehender Minutendoppeltziffer.

Aus Abb. 1 und 2 geht hervor, daß bei einer 12-Stunden-Uhr die quadratische Form der Anzeigeelemente vollkommen übersichtlich und eindeutig die Stundenmarkierung ermöglicht. Die Anzeigeelemente, nach ihren Abmessungen im ungefähren Größenverhältnis 1,5 : 1 bis 2 : 1, liegen bei 3, 6, 9 und 12 Uhr genau über- oder nebeneinander; nach der Lage „über“ oder „unter“ bzw. „neben“ einer Ecke werden die anderen Stunden deutlich und mühelos voneinander unterschieden.

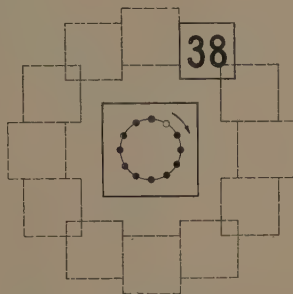


Abb. 2. System der Zeitanzeige mit feststehendem Bezugsanzeigeelement.

Für die Sekundenmarkierung ergibt sich die Möglichkeit einer Anordnung mit weiteren Anzeigeelementen, die z. B. die Zehntel- und Hundertstel-Sekunden umfassen. Mit entsprechenden Vorrichtungen kann so eine Stoppuhr verwirklicht werden; man sollte sie — im Gegensatz zu üblichen Stoppuhren — unter Benutzung einer einzigen Zeiteinheit Meßwerte nur in Sekunden und deren Dezimalteilen anzeigen lassen, um dadurch Umrechnungen zu vermeiden. Die Alternative, auf Wunsch auch die großen Zeitwerte, Minuten oder Stunden, direkt daneben anzeigen zu können, ist für manche Anwendung von Interesse.

Für viele wissenschaftliche und meßtechnische Zwecke ist ferner eine Hell-Dunkelsteuerung der Projektionslampe durch elektrische Impulse vorteilhaft.

Dieses Aufblitzen der Projektionslampe ist in Verbindung mit einem Nachleuchtschirm zur kurzzeitigen Festhaltung der Anzeige eines Zeitmoments bis zur Ablesung und Niederschrift geeignet, während die Uhr inzwischen ohne Anzeige weiterläuft. Außer der Ermitt-



lung einer zu einem Vorgang gehörigen Uhrzeit ist auch die wiederholte Bestimmung von Zeitabständen ähnlich den Zwischenablesungen an einer laufenden Stoppuhr möglich. Diese Zeitmomente bleiben für die Protokollierung

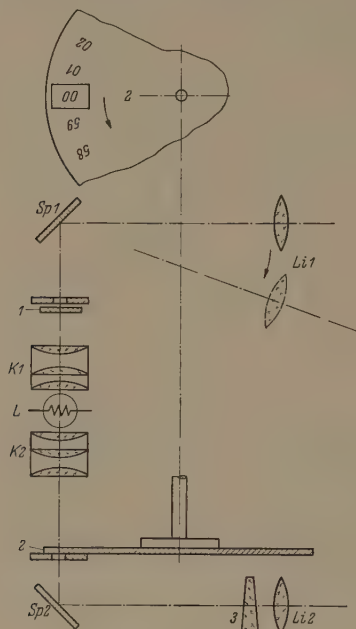


Abb. 3. Lichtweg in der Projektionsuhr.

ung durch Verwendung von Leuchtschirmen entsprechender Nachleuchtdauer mehr oder weniger lange sichtbar; dabei wird die Genauigkeit durch eine genügend lange Darbietung des Ableseergebnisses erhöht.

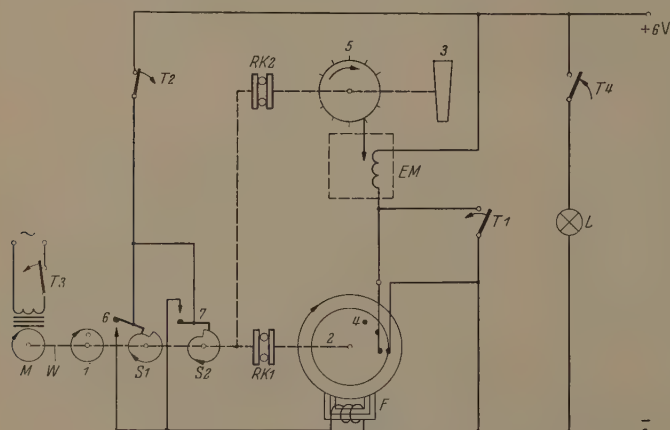


Abb. 4. Elektro-mechanisches Steuerprinzip der Projektionsuhr.

Es kommen auch über Rollen verschiebbare Nachleuchtstreifen aus geeignet präpariertem Material in Frage. Folgen die Vorgänge nicht zu rasch aufeinander, so können die umständlicheren photographischen und Streifenregistrier-Verfahren vermieden werden.

In der folgenden Beschreibung einer ausgeführten Projektionsuhr wird der Lichtweg in Abb. 3 gezeigt und das elektromechanische Steuerprinzip nach Abb. 4

dargelegt. Die Antriebswelle  $W$  des von einer Quarzuhr angetriebenen Synchronmotors  $M$  dreht sich einmal pro Minute (Abb. 4). Mit ihr starr verbunden ist das Plexiglasrad 1 (Abb. 3) für die Sekundenanzeige von dem mittels der Projektionslampe  $L$  über den Kondensor  $K$  1, den Umlenkspiegel  $Sp$  1 und die Linse  $Li$  1 auf der Projektionswand ein scharfes Bild entworfen wird. Ein äquivalenter Projektionsweg  $L$ ,  $K$  2,  $Sp$  2,  $Li$  2 sorgt für die Abbildung der Ziffern, die in dem Minutenrad 2 eingraviert sind. Jedoch wird der Strahlengang in diesem Falle durch den um die Projektionsachse drehbaren Keil 3 um etwa eine Bildbreite nach außen verschoben. Die Abbildung

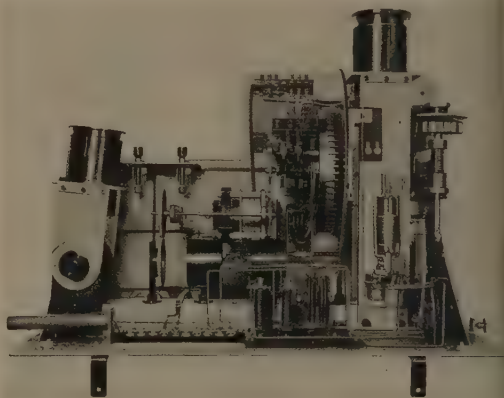


Abb. 5. Gesamtansicht der geöffneten Projektionsuhr von oben.

der Minutenziffern wandert daher bei Drehung des Keils im Kreise um die Abbildung der Sekundenanzeige herum. Bei ruckweiser Drehbewegung des Keils um jeweils  $30^\circ$  zur vollen Stunde ist damit die Stundenmarkierung gegeben. Da die Projektionsoptik  $Li$  1 einstellbar und um die zur Zeichenebene senkrechte Drehachse des Spiegels  $Sp$  1 drehbar ist, ist weitgehende Anpassungsmöglichkeit an die gewünschte Projektionsentfernung gegeben.

Das Minutenrad 2 trägt die Ziffern 00 bis 59 für die Minutenanzeige. Es ist mit der Antriebswelle  $W$  über die Rutschkupplung  $RK$  1 verbunden (Abb. 4) und wird in seiner Ruhelage von der elektromagnetischen Festhaltevorrichtung  $F$ , die 60 Raststellungen besitzt, arretiert. Die mit der Antriebswelle  $W$  starr verbundenen Steuerscheiben  $S$  1 und  $S$  2 sorgen für Stromlosigkeit dieses Festhaltekreises jeweils nach Ablauf einer vollen Minute für die Dauer etwa einer Sekunde, während der sich das Rad 2 um eine Ziffer weiterdreht.

Durch sinngemäße Ausbildung der Form der Steuerscheiben sowie der zugehörigen Abtasthebel läßt sich erreichen, daß die von ihnen gesteuerten Kontakte 6 und 7 bei Parallelschaltung gestatten, definierte Kontaktöffnungszeiten zu erzeugen, die durch Verdrehen der Steuerscheiben gegeneinander beliebig justierbar sind.

Steuernocke 4 ist mit Rad 2 starr verbunden und verursacht kurzzeitig die Schließung des Stromkreises

den Entriegelungsmagneten *EM* immer dann, wenn vom Minutenrad her die Ziffer 00 erscheint. Durch wird in diesem Augenblick der Keil 3 um Umdrehung zur Stundenmarkierung weiterge-  
ht. Dies bewirken die Ratschkupplung *RK 2* und Rastscheibe 5, die 12 Raststellungen besitzt. Das Stellen der Uhr nach richtiger Zeit erfolgt durch Drücken der Tasten *T 1* bis *T 3*, wobei die Stunden-, Minuten- und Sekundeneinstellung über *T 1*, *T 2* und *T 3* unabhängig voneinander ist. Zur Ablesung Uhrzeit wird mit Taste *T 4* die Projektionslampe

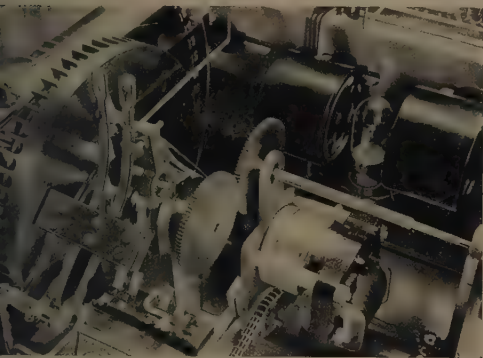


Abb. 6. Teilsicht der Projektionsuhr mit Synchronmotorantrieb, Minutenschiene, Projektionslampe und Kondensoren.

zeitig oder dauernd eingeschaltet. Die Tastung von örtlich entfernten und verschiedenen Stellen möglich.

Eine Gesamtansicht der Projektionsuhr ohne Gehäuse von oben gibt Abb. 5. Man sieht deutlich die Aktivität der beiden Projektionswege, von denen der eine schwenkbar ist. In der Mitte des Bildes über der Projektionslampe mit den beiden Kondensoren befindet sich der Synchronmotor, ganz rechts die erwähnte Rastscheibe für die Stundenschiene.

Einen Einblick in den Antriebs- und Steuermechanismus des Minutenrades zeigt Abb. 6.

Photographische Aufnahmen in Abb. 7a–f verleiern einen Eindruck vom Anblick der Zeitanzeige der Projektionsuhr. Die einzelnen Stellungen a–f entsprechen in dieser Reihenfolge den Zeitpunkten 12.47, 13.51, 14.59, 15.00, 16.34 und 20.41 Uhr. Die Stunden sind jeweils im größeren zentralen Quadrat dem mit Punktmarkierungen versehenen, in einer Umlaufenden Ring ablesbar; man findet, daß genannten Uhrzeiten um: 10, 50, 55, 06, 20, 35 Sekunden überschritten sind.

Es wurde gezeigt, daß das Anzeigesystem dieser Projektionsuhr die Übersichtlichkeit der Ablesung in erheblicher fördert, als die Minuten- und Stunden zugleich mit einem einzigen Blick erfassbar sind, durch die lediglich sprunghaft erfolgende Bewe-

gung des anzeigenden quadratischen Elements und der Minutenziffern unterstützt wird. Nicht nur auf große Entfernungen, sondern auch unter zur Projektionsfläche schrägen Blickwinkeln ist die Uhrzeit leicht er-

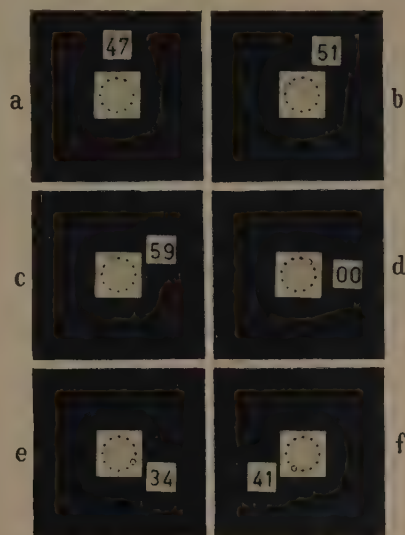


Abb. 7a–f. Aufnahmen der projizierten Zeitanzeige.

- a) 12<sup>h</sup> 47<sup>m</sup> 10<sup>s</sup>;      b) 13<sup>h</sup> 51<sup>m</sup> 50<sup>s</sup>;      c) 14<sup>h</sup> 59<sup>m</sup> 55<sup>s</sup>;      d) 15<sup>h</sup> 00<sup>m</sup> 06<sup>s</sup>;      e) 16<sup>h</sup> 34<sup>m</sup> 20<sup>s</sup>;      f) 20<sup>h</sup> 41<sup>m</sup> 35<sup>s</sup>.

kennbar. Die Anwendung wird bei geeigneter Anpassung in verschiedenen Bereichen des täglichen Gebrauchs, des Verkehrs, der Technik und der Wissenschaft zu suchen sein.

### Zusammenfassung

Die beschriebene Projektionsuhr mit einem Zeitanzeigesystem, das mancherlei Vorteile bietet, enthält zwei Projektionswege für die Darstellung eines feststehenden zentralen und eines im Laufe von 12 Stunden schrittweise herumbewegten äußeren Anzeigeelements für die Markierung der Stunden. Dieses, ein quadratisches Feld, enthält die Minutenanzeige in Ziffernform. Die Aufgabe der Sekundenanzeige ist dem zentralen Anzeigeelement übertragen. Sekundenbruchteile sind bei einer Verwendung als Stoppuhr durch weitere ähnliche Einrichtungen darstellbar, wobei durch Hell-Dunkelsteuerung der Projektionslampe in Verbindung mit Nachleuchtschirmen Zwischenablesungen möglich sind. Die Anzeige der Projektionsuhr ist mit einem Blick zu erfassen und besonders leicht aus verschiedenen Richtungen und Entfernungen erkennbar.

Dr. U. ADELSBERGER,  
Dr. G. OHL,  
Dipl.-Ing. R. SÜSS,

Physikalisch-Technische Bundesanstalt  
Braunschweig.

für die Sekundenmarkierung.



## Extraktionsmessungen und Strahlführung bei einer Bogenquelle\*

VON MAX WUTZ

Mit 4 Textabbildungen

(Eingegangen am 3. Juni 1956)

## 1. Allgemeines

An einer mit Argon betriebenen Bogenionenquelle<sup>1</sup> (die für einen Linearbeschleuniger gebaut wurde) des von TUVE, DAHL und HALFSTADT<sup>2</sup> [2] beschriebenen Typs wurden neben den üblichen Extraktionsmessungen vor allem folgende Untersuchun-

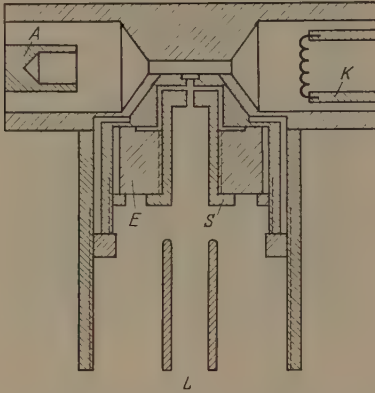


Abb. 1. Ionenquelle. K = Kathode, A = Anode, E = Ergankstück, S = Sondenröhrchen, L = Linsensystem.

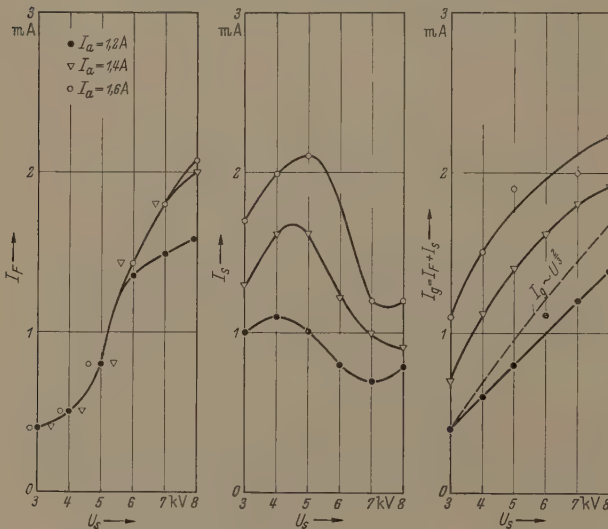


Abb. 2. Strahlstrom  $J_F$ , Sondenstrom  $J_S$  und Gesamtstrom  $J_g = J_F + J_S$  in Abhängigkeit von der Sondenspannung  $U_s$ ;  $p_0$  (Ionenquelle) =  $3 \times 10^{-3}$  Torr  $p_{H_2}$  (Nachbeschleunigungsraum) =  $5 \times 10^{-6}$  Torr;  $U_a$  (Entladungsspannung) etwa 50 V.

\* D 77 (Im Auszug).

<sup>1</sup> Eine Bogenquelle wurde verwendet, da der Hauptvorteil der magnetischen und H. F. Quellen ein günstiges Verhältnis H zu  $H_2$  Ionen zu liefern [1] bei Edelgasen keinen Gewinn bedeutet.

<sup>2</sup> Eine Weiterentwicklung dieses Typs scheint höhere Pumpleistungen zu benötigen [3] während vereinfachte Formen [4] einen zu hohen Druck im Nachbeschleunigungsraum haben.

gen durchgeführt: 1. Die Abhängigkeit der extrahierten Strahlströme vom Druck in der Ionenquelle. 2. Ein Versuch einer quantitativen Deutung der Extraktionsmessungen mit Hilfe der Sondentheorie. 3. Die Strahlführung über eine größere Strecke mit möglichst geringem Aufwand.

Die Versuchsanordnung ist in Abb. 1 schematisch dargestellt. Aus der durch eine Kapillare eingengt Bogenentladung wird durch das mit Hilfe eines 1 ganstückes isoliert aufgestellten Sondenröhrchen (0–8 kV) die Ionenextraktion vorgenommen. Ein enger Strömungskanal (4 mm lang, 1 mm  $\varnothing$ ) ermöglicht in der Regel im Nachbeschleunigungsraum ein Druck von  $5 \times 10^{-6}$  Torr aufrecht zu erhalten.

## 2. Extraktionsmessungen

Beim Betrieb der Ionenquelle mit Argon bei Drucken<sup>1</sup> unter etwa  $10^{-2}$  Torr wird der Bogen bei Sondenspannungen über 6 kV oft ausgelöscht. Bei etwas höheren Drucken arbeitet die Ionenquelle stabil (über Stunden) und die extrahierten Strahlströme ändern sich bis zu etwa  $3 \times 10^{-2}$  Torr nicht mit dem Druck. Abb. 2 zeigt die so erhaltenen Ergebnisse. Ein Auffänger für den Strahlstrom dient ein 50 cm langer Linsensystem (vgl. Abschn. 4) und ein dahinter angebrachter FARADAY-Käfig. Ein 200 k $\Omega$  Widerstand zwischen Sonde und Auffänger verhindert die Meßverfälschung des Strahlstromes durch Sekundärelektronen. Bei höheren Sondenspannungen nimmt der Sondenstrom stark ab, wobei noch zu berücksichtigen ist, daß der Sondenstrom durch Sekundärelektroneneinflüsse bei höheren Spannungen etwas um den Faktor 2 zu groß gemessen wird. Diese starke Abnahme rührt mit großer Wahrscheinlichkeit daher, daß die Ionenemittierende Plasmagrenzfläche bei höheren Sondenspannungen eine kugelfalottenförmige Gestalt [6] annimmt, wodurch eine gute Strahlbildung und Fokussierung in den Strömungskanal erreicht wird (Plasmafokussierung). Der Strahlstrom gehorcht näherungsweise einem  $U^{3/2}$  Gesetz, wie es häufig bei Extraktionsmessungen gefunden wurde. Dies wird gelegentlich als Diodenkennlinie gedeutet. Dem steht die wohl richtige Auffassung gegenüber, daß der insgesamt extrahierte Strom (Strahlstrom + Sondenstrom) gleich dem Produkt aus Diffusionsstromdichte und Plasmagrenzfläche ist und die Zunahme des Strahlstromes mit der Sondenspannung auf

einer Verminderung der Bündelaufweitung beruht, die durch die Eigenladung des Ionenstrahles hervorgerufen wird [7].

<sup>1</sup> Die Druckmessung im Nachbeschleunigungsraum erfolgt mit einem Radiometer [5]. Der Druck in der Ionenquelle wurde daraus mit Hilfe der Saugleistung der Pumpe (100 l/Sec Leybold OT. 250) und des Widerstandes ( $W = 45 \text{ s}^{-1}$ ) des Strömungskanals errechnet.

Da der Gesamtstrom mit steigender Spannung zunimmt, muß sich die Plasmagrenzfläche also vergrößern, wenn die Diffusionsstromdichte konstant bleibt. Wegen der angenommenen kugelfalottenförmigen Form der Plasmagrenze läßt man annehmen, daß die kugelförmige Raumladungsgrenzfläche diese Vergrößerung ebenfalls liefert. Tatsächlich ergibt man daraus für hohe Spannungen und konstante Diffusionsstromdichte eine Proportionalität für den Gesamtstrom<sup>1</sup>. Wie Abb. 2 zeigt ist diese  $U^{2/3}$  Proportionalität für den Gesamtstrom nicht erfüllt, wobei noch zu bedenken ist, daß bei einer Minimierung des Sekundärelektroneneinflusses die Kurven steiler ansteigen würden. Erhöht man nun den Druck der Ionenquelle über etwa  $10^{-2}$  Torr, so nimmt der Strahlstrom den die Quelle liefert stark ab, während der Sondenstrom zunimmt (Abb. 3). Diese Abnahme des Strahlstromes mit dem Druck ist nicht nur auf den höheren Druck im Nachbeschleunigungsraum zurückzuführen, sondern dort maximal  $5 \times 10^{-5}$  Torr betrug (entspricht  $1,5$  m). Es wird vielmehr vermutet, daß die bei höherem Druck in der Raumladungszone vor der Sonde stattfindenden ionisierenden Stöße die Auslösung einer die Ionen fokussierenden Plasmazylinderröhre verhindern.

Um das Einsetzen der Zusammenstöße in der Raumladungszone zu bestimmen, muß man den Abstand Sonde—Plasmagrenze kennen. Zu einer ersten Abschätzung gelangt man auf folgende Weise: Um den Strahl trotz der Aufspaltung durch seine eigene Raumladung durch den Strömungskanal zu bringen, muß der Einfallswinkel einen Wert haben, daß die Strahldispersion möglichst klein wird. Daraus erhält man aus dem Raumladungsgesetz der Kugelfalotte für eine höhere Spannung (5 KV) und der Verkleinerung des Konvergenzwinkels [8] beim Durchtritt durch die Kanalöffnung für kleine Winkel einen Abstand Sonde—Plasmagrenze zu etwa 2 mm.

Da nun bei  $5 \times 10^{-2}$  Torr die freie Weglänge etwa 1,5 mm beträgt, sollte, sofern die vorige Überlegung richtig ist und die Abschätzung der Dicke der Raumladungsschicht stimmt, etwa in diesem Druckbereich eine Abnahme des Strahlstromes erwartet werden, wie sie auch gefunden wurde. Auch die Tatsache, daß die Entladungs-

spannung beim Druck  $p_i = 3 \times 10^{-2}$  Torr mit zunehmender Sondenspannung steigt, bei höherem Druck aber unabhängig von der Sondenspannung ist, scheint die Auffassung, daß der größte Teil der Ionen

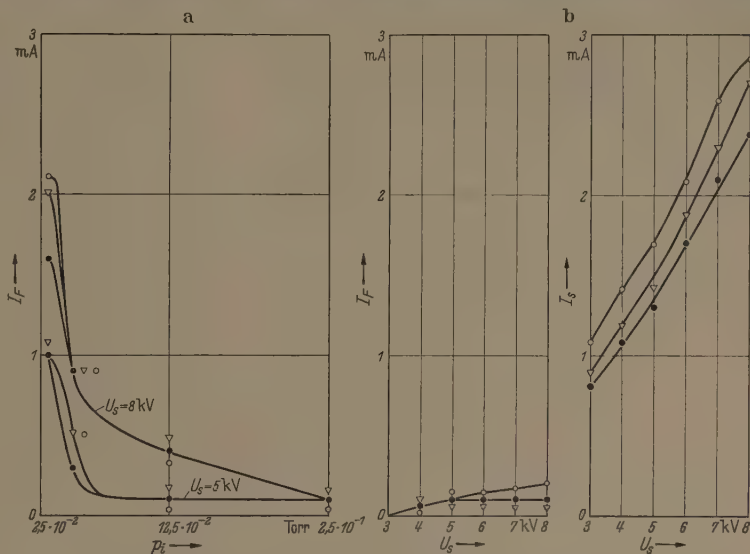


Abb. 3. a) Druckabhängigkeit des Strahlstromes; b) Strahlstrom und Sondenstrom in Abhängigkeit von der Sondenspannung bei  $p_i = 2,5 \times 10^{-4}$  Torr;  $p_H = 5 \times 10^{-6}$  Torr  $U_a = 25$  V.

des Gesamtstromes nicht mehr aus der Entladung stammt, zu bestätigen.

Bleibt die Diffusionsstromdichte konstant, so sollte nach dieser Auffassung der Strahlstrom druck-

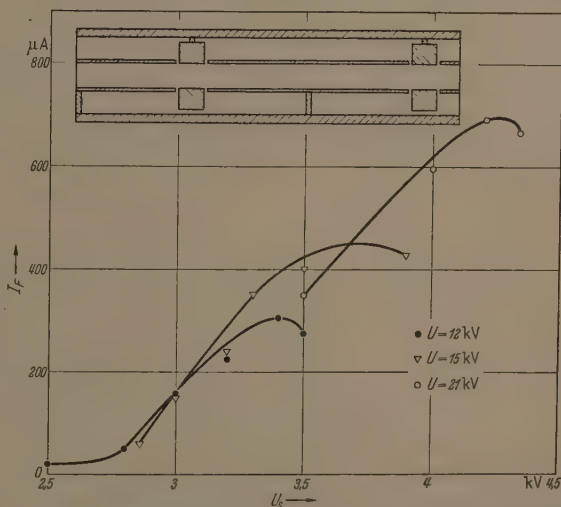


Abb. 4. Fokussierungsstrecke (schematisch) und die Strahlströmung am Ende dieser Strecke in Abhängigkeit von der Sondenspannung. Spannungsverhältnis an den Linsen jeweils 4 : 1. Ionenquelle:  $p_i = 3 \times 10^{-3}$  Torr;  $J_a = 1,2$  Amp.

<sup>1</sup> Ist  $a =$  Plasmaradius,  $r =$  „Sondenradius“ so muß  $\frac{r}{a} > 3 \left\{ \left( \frac{a}{r} \right)^2 - 1 \right\}$  und  $2 \leq \frac{a}{r} \leq 6$  sein, damit bei obiger Abschätzung der Fehler  $< 10\%$  wird. Man kann dann  $i = \frac{4\pi a^2 j}{r} \left( \frac{a}{r} \right)^{5/2}$  im sphärischen Raumladungsgesetz  $f \left( \frac{a}{r} \right) = 1,45 \cdot 10^{-1} \left( \frac{a}{r} \right)^{5/2}$  annehmen.

unabhängig sein, solange in der Raumladungsschicht keine Zusammenstöße stattfinden. Dieses ist hier bei den Drucken unterhalb  $3 \times 10^{-2}$  Torr auch der Fall, doch kann diese Untersuchung hier nicht sehr weit geführt werden, da der Bogen bei kleineren Drucken bald instabil wird. Eine Druckunabhängigkeit des Strahl-



stromes zwischen  $5 \times 10^{-4}$  und  $4 \times 10^{-5}$  Torr (bei einer magnetischen Ionenquelle) ist auch früher schon gefunden worden [9].

### 3. Kenngrößen

Zur Beurteilung von Ionenquellen werden häufig Kenngrößen angegeben (vgl. z. B. [1]). Für die vorliegende Ionenquelle ergibt sich aus Druck Saugleistung und Strahlstrom bei  $p_i = 3 \times 10^{-2}$  Torr

$$\alpha_m = \frac{\text{Strahlstrom}}{\text{Strom der Gasatome}} = 0,8.$$

Pro Ion verläßt also etwa ein Gasatom die Ionenquelle. (Entspricht einem Gesamtgasverbrauch von 4 cm Argon pro Stunde bei 760 Torr). Aus Heizleistung (210 Watt) und Bogenleistungsbedarf (80 Watt) folgt:

$$\alpha_i = \frac{\text{Leistungsbedarf der Ionenquelle (Watt)}}{\text{Strahlstrom } \mu\text{A}} = 0,15 \frac{\text{Watt}}{\mu\text{A}}.$$

### 4. Strahlführung

Hinter jeder Ionenquelle benötigt man hohe Saugleistungen, was große Rohrdurchmesser bedingt. In vorliegendem Fall war mit dem Ionenstrahl eine Entfernung von 50 cm zu überbrücken, was für einen Strahl der Größenordnung 1 mA besondere elektronenoptische Mittel erfordert. Da zur Strahlführung mittels einer einzigen elektrischen Linse (wie sie meistens verwendet wird) unter günstigsten Bedingungen eine Spannung von etwa 140 KV erforderlich wäre wurde ein aus 8 Einzellinsen bestehendes System zur Strahlführung benutzt. Zur Bestimmung der elektronenoptischen Eigenschaften wurde ein halbgraphisches Verfahren nach W. WALCHER [10] verwendet. Bei dem Entwurf wurde eine Strahlstromstärke von 1 mA und eine Spannung von 20 KV zugrunde gelegt.

Mit diesem Linsensystem wurden in etwa 50 cm Abstand von der Ionenquelle in einem Auffänger Ströme bis zu maximal  $700 \mu\text{A}$  erhalten (Abb. 4). Bei einem bestimmten  $U_s$  durchläuft der Auffängerstrom ein Maximum. Dieses deutet darauf hin, daß bei steigendem Strahlstrom die Raumladungsaufspaltung so groß wird, daß der Strahl vom Linsensystem nicht

bewältigt werden kann. Tatsächlich steigt der Strom auf das Linsensystem fällt, jenseits dieses Maximums stark an.

### Zusammenfassung

Bei einer Bogenionenquelle vom Typ TUVE, DA und HALSTADT wurden Extraktionsmessungen. Abhängigkeit vom Druck durchgeführt. Unter  $3 \times 10^{-2}$  Torr ergab sich eine Druckunabhängigkeit der extrahierten Ströme und eine quantitative Abschätzung ergibt eine  $U^{2/3}$  Proportionalität für den extrahierten Gesamtstrom, was den gefundenen Werten etwa entspricht. Oberhalb  $3 \times 10^{-2}$  Torr erfolgt eine starke Abnahme des Strahlstromes mit steigendem Druck in der Ionenquelle. Dies wird auf Zusammenstöße in der Raumladungsschicht zurückgeführt, wodurch eine Ionenfokussierung durch die Plasmagrenzfläche gestört wird. Unter optimalen Betriebsbedingungen wurde ein Strahlstrom von 2 mA Argonionen erhalten, wobei pro Ion etwa 1 Atom der Ionenquelle verläßt. Zur Strahlführung hinter der Ionenquelle wird ein System von 8 elektrischen Einzellinsen verwendet, welches bei einer Spannung von 21 KV einen Strahlstrom von  $700 \mu\text{A}$  liefert.

Für die Anregung zu dieser Arbeit sowie für die großzügige Bereitstellung von Arbeitsmitteln möchte ich Herrn Prof. Dr. H. KLUMB danken.

**Literatur.** [1] KAMKE, D.: Handbuch der Physik Bd. XXII Korpuskularoptik S. 1—122, Berlin-Göttingen-Heidelberg 1956. — [2] TUVE, M. A., O. DAHL u. L. R. HALSTADT: Phys. Rev. **48**, 241 (1935). — [3] ALLISON, S. K.: Rev. Sci. Instr. **29** (1948). — [4] KOTECKI, A.: Z. Physik **108**, 604 (1938). TRITTELWITZ, W.: Ann. Phys. **40**, 131 (1941). — [5] KLUMB, H. u. H. SCHWARZ: Z. Physik **122**, 418 (1944). — KLUMB, H. u. E. WEISSMANN: Glas u. Hochvakuumtechnik **2**, 225 (1953). — [6] THONEMANN, P. C.: Progr. Nucl. Phys. **3**, 219 (1953). — [7] FISCHER, W. u. W. WALCHER: Z. Naturforsch. **10a**, 857 (1955). — [8] HUBER, H. u. W. KLEIN: Arch. f. Elektr. **39**, 39 (1949). — [9] KISTEMAKER, I. u. H. L. D. DEKKER: Physica **16**, 198 u. 209 (1950). — [10] WALCHER, W.: Z. angew. Phys. **5**, 189 (1951).

Dipl. Phys. MAX WUTZ,  
I. Physik. Institut der Universität Mainz.

## Über das Verhalten der Gasentladung beim Vakuummeter nach PENNING

Von HASO MOESTA

Mit 8 Textabbildungen

(Eingegangen am 26. April 1956)

### A. Einleitung und spezielle Voraussetzungen

Das Vakuummeter nach PENNING [1] besteht aus einer in ein evakuierbares Gehäuse eingeschlossenen Elektrodenanordnung nach Abb. 1. Die beiden mit  $K$  bezeichneten Bleche bilden die Kathoden eines Entladungsrohres. In ihrer Mitte befindet sich die ring- oder kastenförmig ausgebildete Anode  $A$ . Durch diese Elektrodenanordnung wird in der Gasentladungsstrecke der ebenfalls in Abb. 1 gezeigte Potentialverlauf erzeugt. Die ganze Anordnung befindet sich in einem Magnetfeld  $H$ , welches die von den Kathoden  $K$  ausgehenden Elektronen daran hindert, unmittelbar zur Anode  $A$  zu fließen und sie zwingt, eine ver-

gleichsweise lange Zeit in der Potentialmulde der Anode auf korkzieherähnlichen Bahnen hin- und herzu pendeln.

Im allgemeinen ist die Umhüllung dieses Elektrodensystems in Form eines Glaskolbens ausgeführt. Man kann jedoch, ohne die Wirkungsweise der Anordnung im Grundsätzlichen zu ändern, die Kathodenbleche  $K$  zu einem vakuumdichten Metallkasten ausgestalten und erhält so eine Entladungsröhre wie in Abb. 2. Hierin bedeuten  $M$  das Magnetsystem,  $K$  der Kathodenkasten und  $F$  einen Flansch, der zum Anbringen an die Vakuumapparatur dient. Im Inneren des Kathodenkastens befindet sich der Anodenring von dem in Abb. 2 nur die Hochspannungszuführung U

sehen ist. Die Arbeitsweise einer solchen Meßröhre ist sich folgendermaßen verstehen [2]:

Ist einmal zu Beginn durch irgendeine Ionisierungsquelle (z. B. ein durch Feldemission an der Kathode ausgelöstes Elektron) [3] ein einzelnes Ion zwischen den Elektroden entstanden, so wird dieses durch das angelegte Feld (im allgemeinen einige kV) den Kathoden  $K$  beschleunigt. Beim Auftreffen dieses löst das Ion dort ein oder mehrere Sekundärelektronen aus. Diese Elektronen fallen in die Potentialmulde der Anode. Da sie dort eine endliche Verweilzeit haben (Magnetfeld), haben sie eine gewisse Wahrscheinlichkeit, im Entladungsraum vorhandene Gasmoleküle auch noch bei sehr niedrigen Drücken ( $10^{-5}$  Torr und niedriger) zu ionisieren. Dabei steigt die Zahl der auf die Kathode gelangenden Ionen an, und damit wiederum die Zahl der in der Potentialmulde der Anode vorhandenen Elektronen. Gleichzeitig können sich in der Entladung eine Anzahl von Sekundäreffekten abspielen:

1. Ein primäres (von der Kathode stammendes) Elektron kann mehrere Ionen bilden.
2. Aus dem Ionisierungsakt stammende Elektronen können neue Ionen durch Stoß mit Gasmolekülen bilden.
3. Ionen können durch Stoß mit Gasmolekülen neue Ionen bilden.
4. Ionen können mit Elektronen rekombinieren.

Der in der Entladung fließende Strom wird nun im allgemeinen, besonders bei höheren Drücken, eine eindeutige Charakteristik haben. Aus diesem Grunde treibt man solche Meßröhren in der Regel mit einem Widerstand, der den Strom auf einen vom in der Röhre herrschenden Gasdruck abhängigen Wert begrenzt. Dieser Strom dient als Maß für den Druck.

Betrachtet man nun die Wahrscheinlichkeiten  $\beta$  der Wirkungsquerschnitte der einzelnen Sekundäreffekte, so ergibt sich folgendes Bild:

1. Aus der Anzahl der pro Elektron im gebräuchlichen Ionisationsmanometer gebildeten Ionen ergibt sich bei Drücken der Größenordnung  $10^{-4}$  Torr eine Sekundärwahrscheinlichkeit pro cm zurückgelegter Weglänge in der Größenordnung von  $10^{-4}$  bis  $10^{-5}$  [4]. Damit würde im Mittel die Bildung eines zweiten Ions durch das gleiche Elektron einen so außerordentlich geringen Gesamtaufweg bedingen, daß die Wahrscheinlichkeit für das Auftreten dieses Sekundäreffektes bei niedrigen Drücken sicher vernachlässigbar klein ist.
2. Die Wahrscheinlichkeit für ein Elektron ein Gasmolekül zu treffen und ein Ion zu bilden, hängt von der Aufenthaltszeit im Stoßraum ab. Diese Aufenthaltszeit wird wesentlich durch das Magnetfeld bestimmt. Für die aus dem Ionisierungsakt stammenden Elektronen gelten hinsichtlich der Trefferwahrscheinlichkeit wieder die Überlegungen unter Punkt 1. Ein Elektron braucht einen großen Laufweg, um ein Ion bilden zu können. Bei kleinem Magnetfeld und niedrigen Drücken wird nun ein solches Elektron nur nach so langer Zeit im Stoßraum verbleiben, wie zur Zündung eines neuen Ions erforderlich wäre, nämlich dann, wenn seine Richtung nach dem Stoß, bei dem es freigegeben ist, in einen bestimmten Raumwinkelbereich fällt, wo es vom Magnetfeld hinreichend lange in der Nähe der Anode ferngehalten wird. Dieser Bereich ist sehr klein gegen den vollen Raumwinkel. Dieser

Effekt wird also bei schwacher „Fokussierung“ und niedrigen Drücken verschwinden.

3. Aus zahlreichen Messungen [5] ist bekannt, daß die Ionisierungswahrscheinlichkeit durch Ionen im gleichen Gas außerordentlich gering ist. Die Bildung von Ionen durch Ionenstoß kann bei den hier vorliegenden Drücken mit Sicherheit ausgeschlossen werden.

4. Die Zahl der durch Rekombination verschwindenden Ionen kann man ansetzen  $dn^+ = \text{const } ^1n^+ \times ^1n^- \cdot s$ . Hierin bedeuten  $dn^+$  die Zahl der verschwindenden Ionen,  $^1n^+$  die Ionendichte,  $^1n^-$  die Elektronendichte,  $s$  der von den Ionen auf dem Weg zur Kathode zurückzulegende Weg. Bei konstanter Spannung  $U$  und konstantem Magnetfeld  $H$  ist  $^1n^+$  und  $^1n^-$  dem Strom positiver bzw. negativer Ionen proportional und somit wieder  $^1n^-$ . Der tatsächlich in der Entladung fließende Strom wird also bei Berücksichtigung der Rekombination  $I_+ (1 - \beta_+)$ . Für  $\beta_+ \ll 1$  kann man den Einfluß der Rekombination vernachlässigen.

Es ist nun von Interesse, das Verhalten einer Gasentladung nach PENNING für den Fall verschwindender Sekundäreffekte zu untersuchen. Zu diesem Zweck wird man das Magnetfeld verhältnismäßig schwach, und die Fläche der Anode gleich oder größer der Fläche der Kathode machen („geringe Fokussierung“), um die Voraussetzungen für die Vernachlässigbarkeit der Effekte 1 und 2 zu erreichen. Darüber hinaus wird man den Kathodenabstand möglichst klein machen, um kurze Wege zu erhalten. Durch diese Maßnahme werden die Effekte 1, 2 und 4 verkleinert. Der Verkleinerung des Stoßraumes ist allerdings eine Grenze dadurch gesetzt, daß mit kleiner werdendem Kathodenabstand die zur Zündung der Entladung nötige Spannung immer höher wird.

Für ein solches Rohr kann man im Bereich niedriger Drücke die Entladung unter folgenden Voraussetzungen behandeln:

1. Das Magnetfeld und die geometrischen Verhältnisse des Entladungsrohrs seien konstant.
2. Der Gasdruck im Entladungsrohr sei so niedrig, daß keine Wechselwirkungen zwischen Ionen und Ionen, zwischen Ionen und Elektronen und zwischen Ionen und Gasmolekülen auftreten.
3. Beim Stoß eines Elektrons mit einem Gasmolekül werden das stoßende Elektron und die beim Stoß herausgeschlagenen Elektronen vom magnetischen

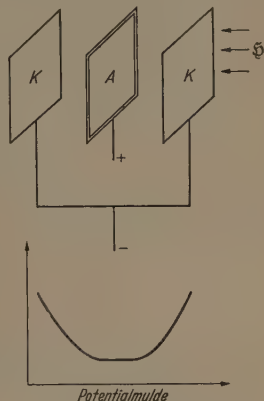


Abb. 1. Schematische Darstellung der Meßröhre.

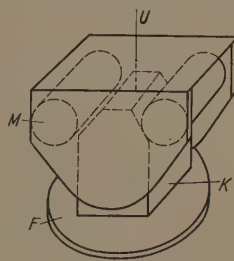


Abb. 2. Ausführungsbeispiel der Meßröhre.



Führungsfeld nicht mehr erfaßt und verschwinden ohne weitere ionisierende Stöße zur Anode.

### B. Theoretische Behandlung des Entladungsvorganges

Unter obigen Voraussetzungen erhält man für den Strom  $I$  eine Funktion des Druckes  $p$ , der Spannung  $U$  und des Magnetfeldes  $H$ .

$$I_+ = I_+(p, U, H) \quad (1)$$

Abb. 4 zeigt den experimentellen Verlauf dieser Funktion für einen bestimmten Ausführungsfall. Wie man sieht, ist im ganzen Bereich die Voraussetzung für eine Differenzierbarkeit der Funktion gegeben. Man kann also schreiben

$$dI_+ = \left(\frac{\partial I}{\partial p}\right)_{UH} dp + \left(\frac{\partial I}{\partial U}\right)_{pH} dU + \left(\frac{\partial I}{\partial H}\right)_{pU} dH. \quad (2)$$

Für die weiteren Betrachtungen sei  $dH = 0$  (konstantes Magnetfeld).

Die Abhängigkeit des Stroms vom Druck läßt sich durch

$$I_+ = \text{const } p^\delta \alpha \quad (3)$$

beschreiben, wobei  $\delta$  die Eigenschaften der Felder und des Gases und  $\alpha$  die der Kathode (Sekundärelektronenausbeute des Kathodenmaterials bei Ionenstoß) enthält.<sup>1</sup> Diese Gleichung kann man deuten als eine Erweiterung der üblichen Annahme, daß der Strom dem Druck proportional ist.

Der Ausdruck  $\partial I / \partial U$  hat physikalisch die Bedeutung eines differentiellen Leitwertes der Entladungsstrecke. Der im äußeren Stromkreis der Röhre fließende Ionenstrom hängt bei konstantem Druck, konstantem Magnetfeld und fester Geometrie von der Elektronendichte im Stoßraum, das heißt von der Ionisierungswahrscheinlichkeit ab. Die Elektronendichte hängt ihrerseits von der Größe der Einstromung  $I_k$  und der Größe der Elektronenverluste durch Diffusion usw. ab.

Es ist für niedrige Drucke experimentell gesichert, daß der meßbare Ionenstrom einen Sättigungswert zeigt, das heißt aber, daß die Kathode eine begrenzte Ergiebigkeit und die Elektronendichte einen bei hohen Spannungen von der Spannung unabhängigen Maximalwert annehmen kann. Dem Unterschied zwischen dem maximal erreichbaren Wert  $I_\infty$  und dem tatsächlich fließenden Strom  $I$  scheint also die Bedeutung einer „Emissionsreserve“ zuzukommen.

Man kann diesen Sachverhalt etwa durch die Wirkung der pendelnden Elektronen als Raumladung vor der Kathode plausibel machen.

Auf alle Fälle wird es gerechtfertigt sein, den differentiellen Leitwert für unseren Fall als Funktion von  $(I_\infty - I)$  anzusetzen:

$$\frac{\partial I}{\partial U} = f(I_\infty - I) \simeq a_0 + a_1(I_\infty - I) + \dots \quad (4)$$

Daraus folgt für kleine  $(I_\infty - I)$

$$I = I_\infty \left(1 - e^{-c(U-V_0)}\right), \quad (5)$$

<sup>1</sup> Ansatz:  $dI_+ = \Theta dp$ , wo  $\Theta$  die Elektronendichte im Stoßraum darstellt, die aus Einstromung prop.  $I_+$  und Verweilzeit prop.  $\frac{1}{p}$  besteht.

mit

$$\begin{aligned} U &= U_0 \quad \text{für} \quad I = 0 \\ U &= \infty \quad \text{für} \quad I - I_\infty = \text{const.} \end{aligned} \quad (6)$$

Die in Gl. (5) auftretende Konstante  $I_\infty$  ist eine Funktion des Druckes und sollte Gl. (3) befriedigen.

Wie im experimentellen Teil gezeigt werden kann erhält man bereits aus dieser verhältnismäßig rohe Rechnung eine befriedigende Darstellung des experimentellen Sachverhaltes.

### C. Experimenteller Teil

Die Meßröhre. Der Verlauf des zu messenden Stromes in Abhängigkeit vom Druck ist im allgemeinen außer von Spannung, Magnetfeld und Kathodenmaterial noch stark von der Geometrie der Elektrodenanordnung abhängig. Das Auftreten von Sättigungserscheinungen ist für eine vorgegebene Elektrodenanordnung von der Unterschreitung eines gewissen Maximaldruckes abhängig. Vergrößert man den Kathodenabstand, so wird dieser Grenzdruck zu tieferen Werten verschoben. Man wird also Sättigungserscheinungen bei um so höheren Drucken beobachten können, je kleiner man den Kathodenabstand wählt. Man kann jedoch den Kathodenabstand nicht beliebig verkleinern, da die Gasentladung mit kleiner werdendem Kathodenabstand immer größere Spannungen zur Zündung benötigt.

Bei dem meist verwendeten Aufbau des Elektrodensystemes in einem Glaskolben treten im Laufe der Betriebszeit durch Kathodenzerstäubung leitende Beläge an der Glaswand auf. Diese Beläge können durch eine Verzerrung der Gestalt des elektrischen Feldes im Laufe längerer Meßreihen die Verhältnisse, unter denen die Entladung brennt, erheblich verändern. Es ist deshalb zweckmäßig, den Kolben nicht aus Glas, sondern aus Metall herzustellen, da sich die Feldverteilung dann nicht mehr durch Kathodenzerstäubung ändern kann.

Aus allen diesen Gründen wurde für die vorliegende Arbeit eine Ganzmetallröhre nach Abb. 2 verwendet. Die Maße der verwendeten Röhre sind folgende:

Kathodenabstand	20 mm
Höhe	50 mm
Breite	28 mm
Material	V2A.

Der Magnet wurde von zwei Rundstäben aus Alnico 400 und Weicheisen-Jochen zusammengelötet. Um das Auftreten von BARKHAUSEN-Schwingungen zu vermeiden, wurden die Polschuhe so ausgebildet, daß das Magnetfeld leicht inhomogen wurde. Gemessen wurde mit einem glimmstabilisierten Gleichstromnetzgerät von maximal 5 kV. Die einzelnen Spannungen waren am Glimmteiler in Stufen von 150 V abgreifbar. Die Meßröhre wurde an einem Pumpstand nach Abb. 3 angeschlossen. Als Vergleichsinstrument diente ein Ionisationsmanometer.

Alle Messungen erfolgten so, daß mit einem fester Vorwiderstand von 6,3 Meg Ohm Eichkurven von  $10^{-4}$  bis  $10^{-6}$  Torr bei jeweils verschiedenen Spannungen des Netzgerätes aufgenommen wurden. Man erhält dann eine Kurvenschar wie in Abb. 4. In eine solche Kurvenschar wird nun eine Schar von Parallelen  $p = \text{const}$  eingezeichnet. Die Schnittpunkte dieser Parallelen mit den einzelnen Eichkurven ergeben

er Berücksichtigung des Spannungsabfalles am Widerstand den Strom als Funktion der Spannung unter der Bedingung  $p = \text{const.}$  Mit diesem Verfahren erhält man die in Abb. 5 gezeigten Kurvenverläufe.

Man entnimmt der Abb. 5 für  $i_{\infty}$  folgende Werte:

Tabelle 1. Gemessene Sättigungsströme

1	2	3	4	5	$\cdot 10^{-5}$ Torr
9	23	39	60	82*	$\eta A$

rapollert

man sieht (Abb. 6), lassen sich die Sättigungsströme befriedigend durch  $i_{\infty} = c \cdot p^{1,4}$  darstellen. Bei dem Druck von  $5 \cdot 10^{-5}$  würde sich ein Sättigungsstrom von 82 Microamp. ergeben. Oberhalb von  $10^{-5}$  Torr läßt sich jedoch bei der hier vorliegenden röhrenmäßigen Elektrodenanordnung kein deutlicher Sättigungszustand mehr erreichen. Man wird also aus den

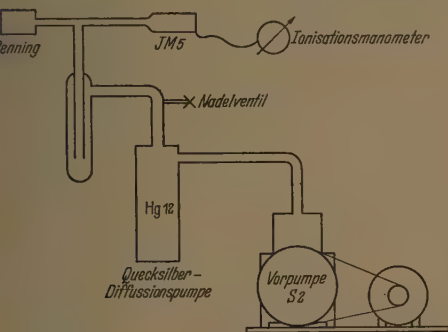


Abb. 3. Schematische Darstellung der Meßanordnung.

Abb. 5 gezeigten Messungen annehmen müssen, der Grenzdruck für das Auftreten von Sättigungseigenheiten in der Nähe von  $5 \cdot 10^{-5}$  Torr liegt. Oberhalb dieses Grenzdruckes scheinen die anfangs theoretischen Ableitungen gemachten Voraussetzungen 2 und vor allem die Voraussetzung 3 allmählich versagen. Es sei hier beiläufig erwähnt, daß eine ausgeführte Röhre mit einem 4 mm größeren Kathodenabstand diesen Grenzdruck bereits bei etwa  $10^{-5}$  Torr zeigte. Es soll nun versucht werden, die Gleichung (12) anhand der Kurven der Abb. 5 zu prüfen. Anwendung der Gleichung (5) müssen die beiden Exponenten,  $U_0$ ,  $c$  noch geeignet festgestellt werden. Unter Berücksichtigung des Umstandes, daß die Messungen unter 10 Microamp. aus experimentellen Gründen mit einem erheblichen Fehler belastet sind, kann der Tatsache, daß die verschiedenen

Kurven der Abb. 5 alle verschiedene Abszissenabschnitte haben, keine Bedeutung beigegeben werden. Man wird also  $U_0$  mit einem mittleren Wert, beispielsweise 1150 Volt einsetzen. Dann ergibt sich aus der für den Druck von  $1 \cdot 10^{-5}$  Torr gemessenen Kurve der Wert

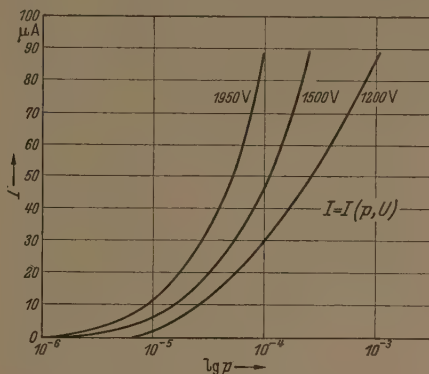


Abb. 4. Elchurve bei normalem Betrieb mit Vorwiderstand.

für  $c = 300$ . Mit diesen Werten ist nun unter Benutzung der Sättigungswerte der Tab. 1 in Tab. 2 die Berechnung der Ströme in Abhängigkeit von der Spannung erfolgt. Die Übereinstimmung der gemessenen, mit den berechneten Werten ist besser, als in Anbetracht der Fehlermöglichkeiten zu erwarten war. Damit erscheint die Annahme der Gleichung (4) nämlich,

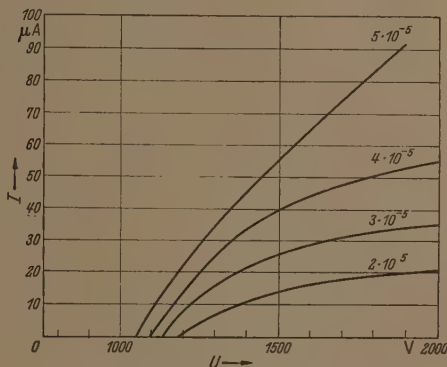


Abb. 5. Strom als Funktion der Spannung bei konstantem Druck.

daß der von den Kathoden ausgehende Strom von Sekundärelektronen durch die Raumladung der bereits im Feld pendelnden Elektronen gesteuert wird, bestätigt.

Die Kurven der Abb. 5 gestatten noch eine weitere Auswertung. Trägt man in Abb. 5 die Schar der

Tabelle 2. Nach Gleichung (5) berechnete und gemessene Werte von  $I = I(U)/P$ ,  $H = \text{const}$   
Strom in  $\mu A$ , Spannung in Volt

$U$	$c(U - U_0)$	$1 - e^{-c(U - U_0)}$	$I_{2 \cdot 10^{-5}}^{\text{ber}}$	$I_{2 \cdot 10^{-5}}^{\text{gem}}$	$I_{3 \cdot 10^{-5}}^{\text{ber}}$	$I_{3 \cdot 10^{-5}}^{\text{gem}}$	$I_{4 \cdot 10^{-5}}^{\text{ber}}$	$I_{4 \cdot 10^{-5}}^{\text{gem}}$
1210	0,2	0,18	4,1	3,5	7,0	8,0	10,8	13,0
1270	0,4	0,33	7,6	6,5	12,9	13,0	19,8	20,0
1330	0,6	0,45	10,3	9,0	17,6	17,5	27,0	25,0
1390	0,8	0,55	12,6	11,5	21,5	21,0	33,0	33,0
1450	1,0	0,63	14,6	13,5	24,8	24,0	38,1	37,5
1570	1,4	0,75	17,2	16,5	29,2	29,0	45,0	44,0
1750	2,0	0,87	20,0	19,5	34,0	33,5	52,0	50,0



Parallelen mit  $U = \text{const}$  ein, so erhält man den Strom als Funktion des Druckes bei konstanter Spannung. Die so erhaltenen Werte sind in Abb. 6 doppelt logarithmisch aufgetragen. Man erhält eine Schar von parallelen Geraden, aus deren Neigung man nun das

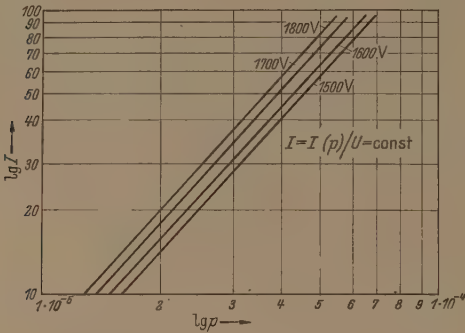


Abb. 6. Strom in Abhängigkeit vom Druck bei  $U = \text{const}$ .

Produkt  $\alpha \delta$ , den Exponenten der Gleichung (3) entnehmen kann. Es mag zunächst überraschend erscheinen, daß die Neigung der Geraden in Abb. 6 nicht von der angelegten Spannung  $U$  abhängig ist. Man sollte erwarten, daß der Kathodenausbeutefaktor  $\alpha$  spannungsabhängig ist und somit die Geraden für verschiedene Spannungen auch verschiedene Neigungen haben

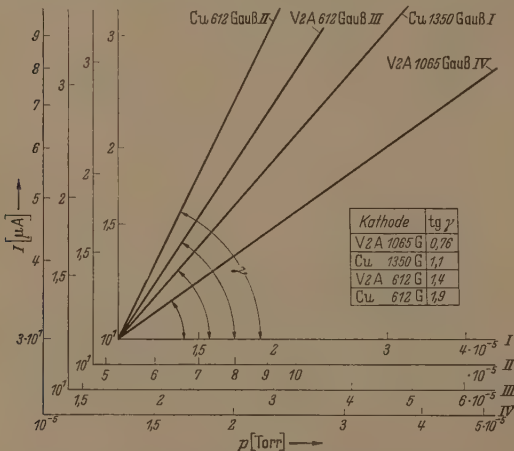


Abb. 7. Strom in Abhängigkeit vom Druck für verschiedene Anoden von verschiedenen Magnetfeldern.

sollten. Betrachtet man jedoch die wenigen bisher gemessenen Ausbeutefaktoren von Metallen bei Ionenstoß (siehe (7)), so sieht man, daß auch für den Fall von V2A in dem Bereich der hier vorliegenden Spannungen, das heißt 1 bis 2 kV diese Ausbeutefunktion ein sehr flaches Maximum durchlaufen sollte. Bei der in unserem graphischen Verfahren zu erwartenden Genauigkeit erscheint es nicht verwunderlich, daß diese geringfügigen Änderungen (max. 10%) hier nicht in Erscheinung treten.

Damit kann auch die Gleichung (3) als bestätigt gelten. Dieses wiederum kann als Stütze für die anfangs gemachten Ausführungen, insbesondere die Voraussetzung 3 gelten.

Man kann nun die bisher ausgeführten Messung und Darstellungen für verschiedene Kathodenmaterialien und verschiedene Magnetfelder wiederholen. Die Ergebnisse einiger solcher Versuche sind in Abb. 8 zusammengestellt. Für diese Darstellung wurden Koordinatensysteme bei gleichbleibenden Einheit so verschoben, daß die Geraden ( $\lg I$ ) alle durch den Nullpunkt gehen. Aus dieser Darstellung lassen sich die in Tabelle 3 dargestellten Werte der verschiedenen Exponenten entnehmen.

Tabelle 3. Gemessene Druckexponenten  $I = \text{const}$   $p^{\alpha \delta}$

Nr.	Kathode	Magnetfeld GAUSS	$\alpha \delta$
I	V2A	612	1,4
II	Cu	612	1,9
III	V2A	1065	0,76
IV	Cu	1350	1,1

Es ergibt sich nun hieraus eine Möglichkeit, die Berechtigung der Aufspaltung des Exponenten in einen Kathodenfaktor und einen Feldfaktor zu prüfen. Dies geschieht wie folgt:

Durch Division des Wertes Zeile II durch Zeile I ergibt sich das Verhältnis von  $\alpha$  Kupfer zu  $\alpha$  V2A.

$$\frac{\text{II}}{\text{I}} = \frac{\alpha_{\text{Kupfer}}}{\alpha_{\text{V2A}}} = 1,35.$$

Durch Bildung der übrigen Quotienten erhält man

$$\frac{\text{IV}}{\text{III}} = \frac{\alpha(\text{Cu})}{\alpha(\text{V2A})} \cdot \frac{\delta(1350 \text{ G})}{\delta(1065 \text{ G})} = 1,35 \cdot 1,12$$

$$\frac{\text{II}}{\text{III}} = \frac{\alpha(\text{Cu})}{\alpha(\text{V2A})} \cdot \frac{\delta(612 \text{ G})}{\delta(1065 \text{ G})} = 1,35 \cdot 1,86$$

Gleichung (13) gibt das Verhältnis der Ausbeutefaktoren an. Geht man mit diesem Wert 1,35 in die Gleichung ein, so erhält man die Verhältnisse der verschiedenen bei verschiedenen Magnetfeldern unabhängigen von den Kathodeneigenschaften.

$$\left. \begin{aligned} \frac{\delta(1350 \text{ G})}{\delta(1065 \text{ G})} &= 1,12, & \frac{\delta(612 \text{ G})}{\delta(1065 \text{ G})} &= 1,86 \\ \frac{\delta(1350 \text{ G})}{\delta(612 \text{ G})} &= 0,6 \end{aligned} \right\} \quad (10)$$

Benutzt man diese mit verschiedenen Kathoden ermittelten Werte, um die Steigungen für gleiche Kathoden, aber verschiedene Felder zu bestimmen, ergibt sich, daß die  $\alpha$  sich dann herausheben:

$$\text{Steigung I} \cdot 1/1,86 = \frac{1,4}{1,86} = 0,75 \text{ für Steigung II}$$

0,74 gemessen

$$\text{Steigung II} \cdot 0,6 = 1,9 \cdot 0,6 = 1,13 \text{ für Steigung IV}$$

1,10 gemessen. (11)

Die Übereinstimmung der berechneten und der gemessenen Werte in Gleichung (11) ist praktisch vollkommen und zeigt, daß die Aufteilung des Exponenten in einen Kathodenausbeutefaktor  $\alpha$  und einen Feldfaktor  $\delta$  gerechtfertigt ist. Diesen Umstand kann man als eine weitere Stütze für die gemachten Voraussetzungen und Ableitungen ansehen.

Es möge noch erwähnt werden, daß die Aufnahme der hier gezeigten Kurven mit ziemlichen Schwierigkeiten

knüpft ist, da die Gasentladung in einem solchen Item gelegentlich zu kleinen Unstetigkeiten neigt. Diese Unstetigkeiten haben im allgemeinen zweierlei Ursachen. Am häufigsten werden solche Unstetigkeiten durch plötzliche Gasausbrüche aus den relativ großen vorhandenen Metallmassen verursacht. Da die Meßröhre als solche nicht ausheizbar war und das Erhitzen ohnehin wenig Zweck gehabt hätte, da bei der Aufnahme von Eichkurven ja stets mit einer neuen Beladung gerechnet werden mußte, wurde die Entladungsröhre jeweils vor den Messungen bei einem Druck von etwa  $10^{-2}$  Torr Luft etwa eine Stunde bei Strömen von 200 bis 500 Microamp. eingebrannt. Durch diese Vorsichtsmaßregel kann man statistisch auftretende Unstetigkeiten weitgehend vermeiden. Im allgemeinen bleiben dann noch Unstetigkeiten übrig, die unabhängig von der Betriebszeit jeweils an mehr oder weniger genau definierten Stellen der Eichkurve auftreten. Da diese Unstetigkeiten dadurch beseitigt werden können, daß man das angelegte Magnetfeld leicht homogen macht, scheint es sich bei diesen Unstetigkeiten um das Auftreten von BARKHAUSEN-Schwingungen zu handeln, obwohl diese nicht explizit nachgewiesen werden konnten. Ihre Beseitigung durch Veränderung der Form der Polschuhe macht im allgemeinen keine Schwierigkeiten.

Unter Beachtung der eben geschilderten Vorsichtsregeln sind die Ergebnisse reproduzierbar.

### Zusammenfassung

Zur Aufklärung des Mechanismus an der Kathode wurde das Verhalten von Gasentladungsröhren nach PENNING bei verschwindenden Sekundäreffekten im Gasraum untersucht. Es zeigt sich, daß man die Entladung durch einige, einfache Gesetzmäßigkeiten befriedigend beschreiben kann. Das Material der Kathode hat nach dieser Untersuchung einen wesentlichen Einfluß auf die Charakteristik eines nach diesem System gebauten Vakuummeters.

Ich danke Herrn Dr. MIRGEL, Köln, und Herrn URDAHL, Oslo, für fruchtbare Diskussionen, sowie Frau M. BRINKMANN für große Sorgfalt bei den Messungen zu Abb. 5.

**Literatur.** [1] PENNING, F. M.: Philips techn. Rundschau 2, 201 (1937). PENNING, F. M. u. K. NIENHUIS: Philips techn. Rundschau 11, 116 (1911). — [2] COMM, T. u. N. DAGLISH: Vakuum III, 1 (1953). — [3] HAEFFER, R.: Acta phys. austriaca 7, 251 (1953). — [4] ENGEL, A. v. u. M. STEENBECK: Elektrische Gasentladungen, Bd. 1, Berlin, Springer 1932. — [5] WEIZEL, W. u. O. BECK: Z. Physik 76, 260 (1932). WEIZEL, W.: Z. Physik 76, 258 (1932). VARNEY, R. N.: Phys. Rev. 50, 1095 (1936). WEYLAND, H.: Phys. Rev. 52, 31 (1937). BERRY, H. W.: Phys. Rev. 62, 738 (1942). BERRY, H. W., R. N. VARNEY u. S. NEWBURY: Phys. Rev. 61, 63 (1942). — [6] TOWNSEND, D. S.: Handb. der Radiologie Bd. 1, 1 (1920). — [7] PENNING, F. M.: Physica 8, 13 (1928). OLIPHANT, M.: Proc. Roy. Soc. 127, 388 (1930).

Dr. HASSO MOESTA.

Meßgeräte-Labor der Firma E. Leybold's Nachfolger,  
Köln-Bayental.

## Pumpenkombination für Hochvakuumanlagen

Von W. HÄNLEIN und K.-G. GÜNTHER

Mit 12 Textabbildungen

(Eingegangen am 10. Juni 1956)

### 1. Einleitung

In dem Maße, wie die Vakuumtechnik zunehmend Eingang findet in industrielle Prozesse wie Vakuummelzen, Glühbehandlung oder sonstige Entgasungsgänge, wachsen auch die Anforderungen an die Leistungsfähigkeit der hierzu notwendigen Vakuumumpen. Ein besonderes Problem dabei ist es, für die erforderlichen großen Diffusionspumpen geeignete Vorpumpen zu finden, die in der Lage sind, das notwendige Vorvakuum auch bei voller Auslastung der Diffusionspumpen aufrecht zu erhalten. Man ist daher zu diesem Zweck lediglich die bisher üblichen rotierenden Ölpumpen, so führt dies zu einer äußerst wirtschaftlichen Anordnung, da unverhältnismäßig große Typen benutzt werden müssen. Man ist daher schon seit längerer Zeit bemüht, zwischen Diffusions- und rotierender Pumpe ein weiteres Aggregat einzufügen, welches gerade im Feinvakuumgebiet, d. h. im Druckum von  $10^{-1}$  Torr, besonders wirtschaftlich arbeitet. Die ersten hierzu entwickelten Typen waren die sogenannten Booster, das sind Öldampfpumpen mit erhöhtem Vorvakuumdruck infolge vergrößerter Saugleistung [1]. Einen weiteren Schritt stellten die Dampfstrahl-Sauger dar, die mit Treibstrahlen aus einem hohen Geschwindigkeit und relativ hoher Saugleistung arbeiten. Mit ein- oder zweistufigen Anordnungen sind Vorvakuumdrücke von einigen Torr bis gleichzeitigiger Sauggeschwindigkeitsspitze im Druckbereich um 0,1 Torr möglich [2]. In jüngster Zeit ist

das bereits seit langem bekannte Rootsprinzip wieder aufgegriffen worden, welches gleichfalls in dem hier interessierenden Druckbereich große Sauggeschwindigkeiten erreicht und ein Kompressionsverhältnis bis zu einem Wert von etwa 10 gestattet.

### 2. Anwendung der Quecksilber-Dampfstrahlpumpe

Eine ähnliche Charakteristik wie die oben genannten Pumpentypen weisen auch die Quecksilber-Dampfstrahl-Sauger auf, die in den letzten Jahren durch das Aufkommen der Öldiffusions- und Dampfstrahlpumpen weitgehend verdrängt worden sind. Gerade im Gebiet der Feinvakuumdrücke ist jedoch ihr Hauptnachteil, nämlich der relativ hohe Quecksilberdampfdruck, ohne Bedeutung. Andererseits zeichnen sie sich durch ihre hohe Betriebssicherheit aus und lassen wegen der chemisch beständigen Betriebsflüssigkeit Vorvakuumdrücke bis zu 40, d. h. Kompressionsverhältnisse von einigen  $10^2$  zu. Es ist daher naheliegend, gerade diese Pumpen zwischen Hochvakuumpumpe und rotierender Vorpumpe anzuordnen und so einerseits eine wesentlich kleinere Ausführung der letzteren zu ermöglichen, wie auch eine hohe Betriebssicherheit der gesamten Kombination beim Absaugen kondensierbarer oder öllöslicher Dämpfe zu gewährleisten.

Nun ist es bekannt, daß die Saugleistung von Quecksilberdampfpumpen bei Zufuhr geringer Fett- oder Ölmengen wesentlich herabgesetzt und sogar völlig zum Erliegen gebracht werden kann [3]. Bei Betrieb



dieser Pumpe am Vorvakuumstutzen einer Öldampf-  
pumpe ist aber stets mit dem Eindringen von Öl-  
dämpfen zu rechnen, so daß ein zuverlässiges Arbeiten

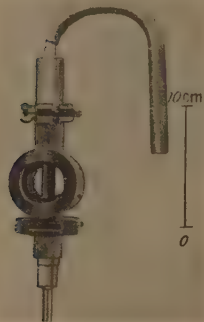


Abb. 1. Kühlfinger zum Auffangen  
von Öldämpfen.

nur dann möglich ist, wenn  
es gelingt, diese Dämpfe  
weitgehend vom Queck-  
silberdampfsauger fernzu-  
halten. Um dies zu errei-  
chen, wurde eine thermische  
Zersetzungsfalle benutzt,  
wie sie in ähnlicher Weise  
von BURCH [4] zur Ver-  
hinderung der Ölrück-  
strömung angegeben wor-  
den ist.

Diese Anordnung spal-  
tet den einströmenden Öl-  
dampf in nichtkondensier-  
bare Gase auf, die ihrer-  
seits ohne Schwierigkeiten  
von der Quecksilberdampf-  
pumpe abgesaugt werden können. Wird nun ein sol-  
ches Element zwischen Öldiffusions- und Quecksilber-  
dampfstrahlpumpe eingebaut [5], so arbeitet die Pum-  
penkombination dann befriedigend, wenn der noch  
anfallende Restbetrag der nicht zersetzten Öldämpfe

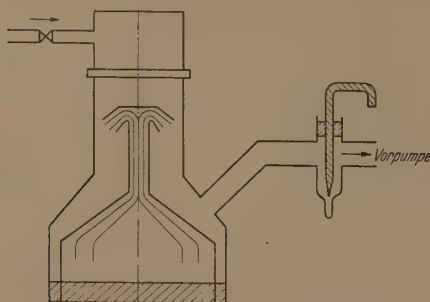


Abb. 2. Anordnung zur Messung des Ölausstoßes.

unterhalb der für die Quecksilberpumpe kritischen  
Grenze liegt. Um eine solche Anordnung beurteilen  
zu können, wurde die pro Zeiteinheit anfallende Öl-  
dampfmenge, die Ölempfindlichkeit der Quecksilber-  
pumpe und der Wirkungsgrad der thermischen Zer-  
setzungsfalle eingehend untersucht.

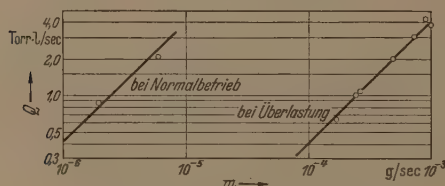


Abb. 3. Ölausstoß einer Öldiffusionspumpe.

### 3. Ölausstoß einer Öldiffusionspumpe

Zur Bestimmung der am Vorvakuumstutzen einer  
Öldiffusionspumpe anfallenden Öldampfmenge diente  
ein Kupferfinger, der — vermöge einer Glaseinschmel-  
zung wärmeisoliert gehalten — von außen in die Vor-  
vakuumleitung hineinragte. Durch Eintauchen des  
freien Endes in ein Gefäß mit flüssiger Luft konnte der

Finger so tief gekühlt werden, daß eine quantitat.  
Kondensation des in die Vorvakuumleitung eindr-  
genden Öldampfes zu erwarten war (Abb. 1.).

Der Meßvorgang erfolgte derart, daß nach A  
kühlen des Fingers dem Ansaugstutzen der Pum  
über ein Nadelventil ein definierter Luftstrom zug  
führt wurde (Abb. 2).

Nach Schließen des Ventiles wurde der Kupferst  
erwärmt und die kondensierte Ölmenge in eine Kap  
lare abgetropft oder — bei geringen Kondensatmenge  
— mit Filterpapier abgewischt und ausgewogen. I  
Abb. 3 sind die Ergebnisse dargestellt, wie sie an ein  
Öldiffusionspumpe mit einer Sauggeschwindigkeit vo  
1500 l/sec bei Betrieb mit Hochvakuumöl F der Firm  
Leybold erhalten wurden.

Wie zu erwarten, ist die pro Zeiteinheit ausga  
stoßene Ölmenge  $m$  dem die Pumpe durchsetzende  
Luftstrom, d. h. der Saugleistung  $Q$  proportional.

$$m = C \cdot Q.$$

Der Proportionalitätsfaktor  $C$  vergrößert sich jedoc  
sprungweise von einem Wert  $C_0$  auf einen Wert  $C_1$   
wenn die Öldiffusionspumpe wegen Überlastung ode  
wegen Überschreitens des zulässigen Vorvakuum  
druckes  $p_v$  zusammenbricht. (Hochvakuumdruck  
 $p_h$  = Vorvakuumdruck  $p_v$ .) In diesem Falle wird de  
aus den Düsen austretende Dampfstrom durch der  
äußeren Druck von der gekühlten Pumpenwandun  
abgedrängt und mit dem Luftstrom zur Vorvakuum  
seite transportiert. Gleichzeitig beobachtet man eine  
Nebelbildung innerhalb des Pumpengehäuses, die von  
feinsten im Luftstrom auskondensierenden Öltröpf-  
chen herrührt [6]. Aus Abb. 3 entnimmt man für die  
an der untersuchten Pumpe gemessenen Konstanten  $C$

$$\begin{aligned} C_0 &= 2,4 \cdot 10^{-6} \text{ g/Torr l}, \\ C_1 &= 2,5 \cdot 10^{-4} \text{ g/Torr l}. \end{aligned}$$

Unter der Annahme eines Molekular-Gewichtes von  
 $M = 350$  für das Pumpenöl bedeutet dies einen  
Gehalt von etwa 0,013 ( $p_h < p_v$ ), bzw. 1,3 Vol. %  
( $p_h = p_v$ ) Öldampf im Luftstrom.

Bei Verwendung von Clophen als Treibmittel  
wurde (gemessen an einer Pumpe kleinerer Saugge-  
schwindigkeit) ein völlig analoges Verhalten gefunden.

### 4. Öl-Empfindlichkeit der Quecksilberdampfstrahlpumpe

Die Untersuchung der Ölempfindlichkeit erfolgte  
an einer dreistufigen Quecksilberdampfstrahlpumpe  
mit einer Sauggeschwindigkeit von 45 l/sec bei etwa  
0,1 Torr. Zunächst wurde die Saugleistungskurve der  
frisch gereinigten Pumpe aufgenommen. Unter Zu-  
hilfenahme einer geeigneten Einfüllvorrichtung wur-  
den sodann definierten Mengen entgasten Hochvakuum-  
öles und in einer zweiten Versuchsreihe entspre-  
chende Mengen Clophen in flüssigem Zustand in den  
Ansaugstutzen der Pumpe eingebracht und sofort an-  
schließend sowie in gewissen Zeitabständen erneute  
Saugleistungsmessungen vorgenommen.

Abb. 4 gibt den anfänglichen Verlauf der Sauglei-  
stung im Vergleich mit den nach der Verschmutzung  
der Pumpe gemessenen Werten wieder.

Der Einfluß der eingebrachten Ölmengen mach  
sich besonders stark im Gebiet kleiner Drucke bemerk-  
bar, wo die Saugleistung nahezu auf 0 abgefallen ist.  
In dem vorgesehenen Arbeitsgebiet der Pumpe um

0–1 Torr ist die Ölempfindlichkeit noch durchaus  
fürbar, aber weit weniger stark ausgeprägt.

In Abb. 5 ist das Verhältnis der Saugleistung  
 $Q_0 = f(m)$  in Abhängigkeit von der zugeführten Öl-  
menge  $m$  aufgetragen, bezogen auf den mittleren Ar-

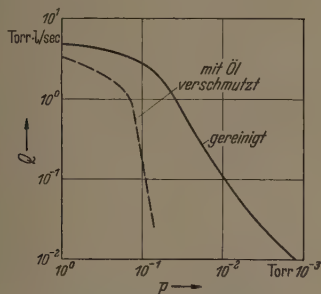


Abb. 4. Saugleistung der Quecksilberpumpe vor und nach Verunreinigung mit Öl.

beitsdruck  $p_0 = 0,1$  Torr. Man erkennt, daß kleinste  
Mengen von z. B. nur 0,1 g HV-Öl die Saugleistung be-  
reits auf etwa 20% des ursprünglichen Wertes drücken.  
Das gleiche gilt — wenn auch in geringerem Maße —  
für eine Verunreinigung mit Clophen. Dieses Verhalten

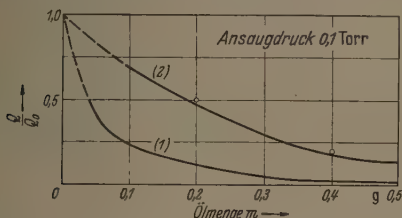


Abb. 5. Abnahme  $Q/Q_0$  der Saugleistung  $Q$  nach Zufuhr der Ölmenge  $m$   
( $p = 0,1$  Torr). Kurve (1): für HV-Öl, Kurve (2): für Clophen.

ist dadurch zu erklären, daß einmal ein auf der Queck-  
silberoberfläche ausgebreiteter Ölfilm kleineren Dampf-  
druckes die Verdampfung des Quecksilbers behindert  
und zum zweiten durch Benetzung der gekühlten Ge-  
häusewand den Wärmeübergang und damit die Kon-  
densation des verdampften Quecksilbers erschwert.

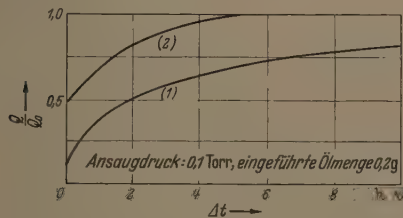


Abb. 6. Wiederanstieg  $Q/Q_0 = f(t)$  der durch Ölzufuhr reduzierten  
Saugleistung  $Q$  ( $m_0 = 0,2$  g;  $p = 0,1$  Torr). Kurve (1):  
für HV-Öl, Kurve (2): für Clophen.

Der letztgenannte Effekt ließ sich z. B. daran  
erkennen, daß nach Ölzufuhr am Vorvakuumstutzen  
ein heftiger Quecksilberauswurf einsetzte, so daß ein  
weiterer Rücklaufkühler angebracht werden mußte.

In Abb. 6 ist der zeitliche Verlauf des Quotienten  
 $Q/Q_0$  aufgetragen, bezogen auf einen Druck  $p_0 =$   
0,1 Torr und eine zur Zeit  $t = 0$  zugeführte Ölmenge  
 $m_0 = 0,2$  g.

Offensichtlich findet eine langsame Selbstreini-  
gung der Pumpe statt, die — vermutlich durch Zer-

setzung des Öles und Abpumpen der gasförmigen  
Zersetzungsprodukte verursacht — nach einigen  
Stunden die Leistungsfähigkeit der Pumpe wieder auf  
die anfängliche Höhe gelangen läßt.

### 5. Wirksamkeit der thermischen Zersetzungsfälle

Zum Aufspalten der Öldämpfe wurde ein Heiz-  
element benutzt, welches aus einem mit Canthal-  
Draht bewickelten Keramikrohr bestand, an dem der  
aus der Diffusionspumpe ausströmende Gasstrom  
vorbeigeführt werden konnte (Abb. 7).

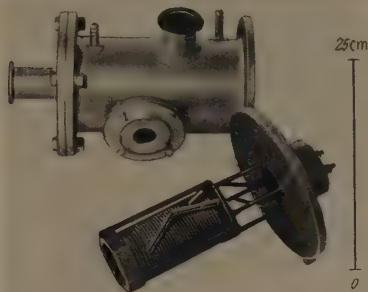


Abb. 7. Glühkörper zum Aufspalten von Öldämpfen.

Dieses Element wurde in die Anordnung der Abb. 2  
und zwar zwischen Kupferfinger und Öldiffusions-  
pumpe eingebaut. Um die Wirksamkeit dieser ther-  
mischen Zersetzungsfälle zu überprüfen, wurden dem  
Ansaugstutzen der Öldiffusionspumpe definierte Luft-  
mengen zugeführt und die nunmehr an dem gekühlten  
Kupferfinger kondensierten Ölmengen ausgemessen  
und mit denjenigen verglichen, wie sie ohne Einbau  
des Heizelementes sowie bei abgeschalteter Heizung  
auftreten. Diese Messungen erfolgten bei verschie-  
denen Temperaturen des Glühkörpers, die nach

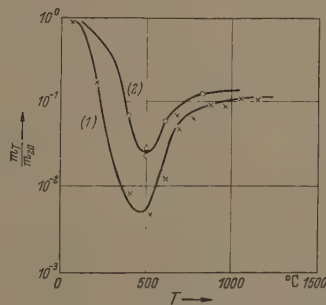


Abb. 8. Wirksamkeit der Zersetzungsfälle.  
Kurve (1): für HV-Öl,  
Kurve (2): für Clophen.

Wahl der zugeführten Heizleistung eingestellt und  
pyrometrisch oder mit einem Thermoelement ermit-  
telt werden konnten. Als Treibmittel der Öldiffusions-  
pumpe kam dabei sowohl handelsübliches Hochva-  
kuumöl (Leybold-Öl F) wie auch Clophen (Treib-  
mittel L 50) zur Anwendung. Die Ergebnisse dieser  
Messungen sind in Abb. 8 dargestellt.

Als Bezugstemperatur ist darin diejenige des  
Heizdrahtes, d. h. die höchste Temperatur am Glüh-  
körper verwendet worden. Überraschenderweise ist



die Zersetzungsfälle nicht bei der höchsten der hier angewendeten Temperaturen am wirksamsten, sondern bei Heizdrahttemperaturen um  $500^{\circ}\text{C}$ . In diesem Falle wird für Hochvakuumöl die noch austretende Ölmenge auf weniger als 1% reduziert. Bei dem thermisch beständigeren Clophen liegen die Verhältnisse etwas ungünstiger, jedoch wird auch hier ein Auf-

eine maximale Luftmenge von 2 Torr l/sec fördern. Mit der in Abschn. 3 angegebenen Konstanten  $C$  folgt daher für den Normalbetrieb:

$$\left(\frac{dm_1}{dt}\right)_0 \leq 5 \cdot 10^{-6} \text{ g/sec.}$$

Wird jedoch die Pumpe beispielsweise durch Zufuhr einer Luftmenge von 3 Torr l/sec überlastet, so muß

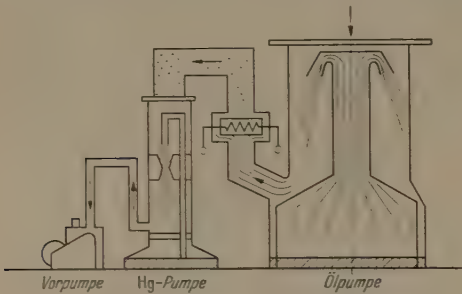


Abb. 9. Pumpenkombination für Hochvakuumanlagen.

spalten des Dampfes bis auf etwa 3% der primär anfallenden Menge erreicht. Der Grund für das Auftreten des Minimums ist vermutlich dadurch gegeben, daß mit steigender Temperatur eine Kondensation der auf das Heizelement auftreffenden Öldampf-Moleküle unterbleibt und in eine Reflexion mit abnehmendem Betrag des thermischen Akkommodations-Koeffizienten übergeht.

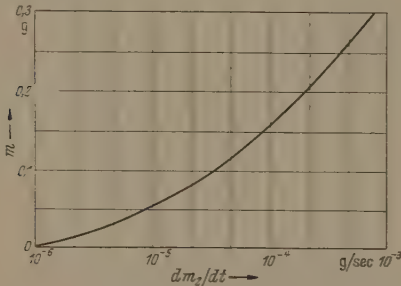


Abb. 10. Selbstreinigung einer Hg-Pumpe in Abhängigkeit vom Ölverschmutzungsgrad (HV-Öl).

#### 6. Arbeitsweise der Pumpenkombination

Wird eine Kombination bestehend aus Öldiffusionspumpe und Quecksilberdampfstrahlpumpe mit eingebauter thermischer Zersetzungsfalle betrieben (Abb. 9), so lassen sich über deren Arbeitsweise aufgrund der oben beschriebenen Meßergebnisse folgende Aussagen machen: Aus der Öldiffusionspumpe tritt ständig eine gewisse Ölmenge pro Zeiteinheit  $dm_1/dt = C \cdot Q$  in die Quecksilberpumpe ein. Gleichzeitig wird im Zuge der Selbstreinigung eine Ölmenge  $dm_2/dt = f(m)$  ständig aus der Quecksilberpumpe entfernt.

Aus den Abbildungen 5 und 6 gewinnt man nun für die hier untersuchte Pumpe den in Abb. 10 dargestellten Verlauf für  $f(m)$ . Da diese Funktion mit  $m$  monoton zunimmt, wird sich im Dauerbetrieb ein Zustand einstellen, in dem beide Anteile einander gleich sind:

$$\frac{dm_2}{dt} = \frac{dm_1}{dt}$$

Beispielsweise kann die hier untersuchte Öldiffusionspumpe ( $S = 1500 \text{ l/sec}$ ) in ihrem Hauptarbeitsbereich

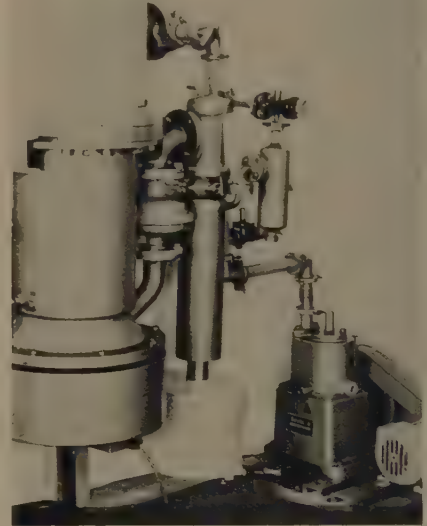
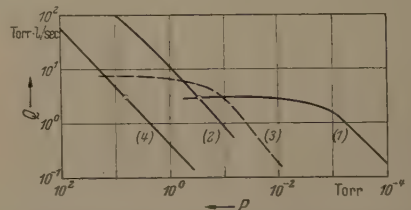


Abb. 11. Kombination von Öl- und Hg-Dampfpumpe.

zur Berechnung der ausgestoßenen Ölmenge  $C_0$  durch  $C_1$  ersetzt werden und es folgt

$$\left(\frac{dm_1}{dt}\right)_1 = 7,5 \cdot 10^{-4} \text{ g/sec.}$$

Werden keinerlei Maßnahmen zum Fernhalten dieser Öldämpfe getroffen, so stellt sich zufolge Abb. 10 in der Quecksilberpumpe eine Ölmenge von etwa  $m_0 = 0,03$  bzw.  $m_1 = 0,3 \text{ g}$  ein.



(1) Öldiffusionspumpe 1500 l/sec (3) Hg-Dampfstrahlpumpe 45 l/sec  
(2) rotierende Pumpe 50 m³/h (4) rotierende Pumpe 2 m³/h

Abb. 12. Saugleistungen verschiedener Vakuumpumpen.

Dies bewirkt laut Abb. 5 einen Saugleistungsabfall

$$\left(\frac{Q}{Q_0}\right) = 0,6, \quad \left(\frac{Q}{Q_0}\right)_1 = 0,05,$$

d. h. nach mehrfacher Überlastung der Öldiffusionspumpe ist die Quecksilberdampfstrahlpumpe praktisch außer Betrieb gesetzt. Wird dagegen das oben beschriebene Heizelement eingebaut und bei der optimalen Temperatur von etwa  $500^{\circ}\text{C}$  betrieben, so

gt entsprechend

$$\left(\frac{Q}{Q_0}\right)_0 = 1, \quad \left(\frac{Q}{Q_0}\right)_1 = 0,5.$$

Auch bei häufiger Überlastung erzielt also die Quecksilberpumpe eine maximale Saugleistung, die nur um die Hälfte ihres Sollwertes entspricht, d. h. von nur noch als 2 Torr l/sec bei  $10^{-1}$  Torr.

Damit ist der notwendige Vorvakuumdruck und zugleich die volle Sauggeschwindigkeit der Öldiffusionspumpe im gesamten Arbeitsbereich gesichert.

In Übereinstimmung mit diesen Überlegungen wurde eine Kombination bestehend aus Öldiffusionspumpe (1500 l/sec, Hochvakuum-Öl F) Quecksilberpumpfstrahlpumpe (45 l/sec) und einstufiger, rotierender Vorpumpe (5 m<sup>3</sup>/h) mehrere Monate lang, bei der Belastung betrieben (Abb. 11).

Sowohl beim Absaugen von Luft, als auch von chemischem Wasserdampf zeigte sich selbst bei häufiger Überlastung der Öldiffusionspumpe ein einwandfreies Betriebsverhalten der Kombination. Wurde dagegen thermische Zersetzungsfälle außer Betrieb gesetzt, war innerhalb kurzer Zeit die Quecksilberpumpe nicht mehr in der Lage, den notwendigen Vorvakuumdruck aufrecht zu erhalten.

Aus Abb. 12 entnimmt man, daß diese Pumpenkombination unterhalb 1 Torr eine Saugleistungskurve besitzt, die nicht nur gleichwertig, sondern sogar günstiger liegt, als diejenige, wie man sie durch Verwenden einer großen rotierenden Vorpumpe mit einer Sauggeschwindigkeit von 50 m<sup>3</sup>/h erhalten würde. Da außerdem der Vorvakuumdruck der Quecksilberpumpe bei 20 Torr liegt, ist es nach Einbau eines kleinen Vorvakuumbehälters möglich, im normalen Betrieb die rotierende Vorpumpe völlig still zu legen.

### Zusammenfassung

Bei größeren Vakuumanlagen wird mit der Forderung nach großen Diffusionspumpen auch diejenige nach entsprechenden Vorpumpen gestellt. Durch Zwischenschalten einer Quecksilberdampfstrahlpumpe ist es möglich, eine wirtschaftliche arbeitende Pumpenkombination mit besonders günstiger Saugleistungskurve zu erhalten. Die für die Quecksilberpumpe schädlichen Öldämpfe werden durch Einbau einer thermischen Zersetzungsfalle abgefangen und in nichtkondensierbare Gase aufgespalten. Nach Untersuchung der anfallenden Öldampfmengen, der Ölempfindlichkeit der Quecksilberdampfstrahlpumpe sowie der Wirksamkeit der vorgesehenen Zersetzungsfalle ist es möglich, über das Betriebsverhalten der genannten Kombination eindeutige Aussagen zu machen. Eine aufgrund dieser Überlegungen gewählte Anordnung wurde mehrere Monate lang erprobt und bezüglich Saugleistung und Betriebssicherheit als voll auf zufriedenstellend befunden.

Für die Möglichkeit zur Durchführung dieser Arbeit möchten wir an dieser Stelle Herrn Dir. Dr. A. SIEMENS unseren aufrichtigen Dank aussprechen.

**Literatur.** [1] GUTHERIE, A. and R. K. WAKERLING: „Vacuum Equipment and Techniques“, New York, 1949, S. 83/89. — [2] JAECKEL, R., H. G. NÖLLER u. H. KUTSCHER; Vak. Techn. **3**, 1 (1954). — [3] LATHAM, D., B. D. POWER and N. T. M. DENNIS: Vacuum **II**, 33 (1952). — [4] BURCH, C. R.: Engl. Patent. Nr. 39 62 05. — [5] HÄNLEIN, W.: D.B.P. 928 314 vom 31.5.1955. — [6] Nach Mitteilung von Dr. L. HIESINGER (Hanau).

Dr. WALTER HÄNLEIN,

Dipl.-Phys. KARL-GEORG GÜNTHER,

Laboratorium ZW/LS der Siemens-Schuckertwerke AG.  
Nürnberg

## Berichte

### Aus der Entwicklung des Meßkondensators

Von GUSTAV ZICKNER

Mit 12 Textabbildungen

(Eingegangen am 9. Mai 1956)

Eines der wichtigsten Geräte der Nachrichtentechnik ist der Kondensator, an dessen Eigenschaften stets wachsende Anforderungen gestellt werden. Das gilt a fortiori für die Meß- und Normalkondensatoren der einschlägigen Industrie, mit deren Hilfe die Fabrikation gesteuert wird. Etwa seit der Jahrhundertwende erwuchs daher der Physikalisch-Technischen Versuchsanstalt<sup>1</sup> in Berlin die Aufgabe, derartige Geräte mit einer hinreichend hohen Genauigkeit anzufertigen zu prüfen. Sie wurden mit der steigenden Akkumulation nachrichtentechnischer Messungen in ständig wachsender Zahl und mit wachsenden Ansprüchen an Genauigkeit und an Vielseitigkeit der Fragestellung der Versuchsanstalt zur Prüfung eingereicht.

Diese Tatsache erforderte die Entwicklung von eigenen Normalien mit entsprechend erhöhter Genauigkeit.

GIEBE hatte bereits vor dem ersten Weltkrieg eine Reihe von Normalkondensatoren größeren Kapazitätswertes gebaut. Der erste war ein Zylinderkondensator von 10 nF [1]. Die beiden Röhrensysteme waren einseitig mit dem Gehäuse verbunden. Der Kondensator hatte daher nur eine Betriebskapazität, deren Wert dem Nennwert entsprach. Der radiale Abstand der Messingröhren betrug 1 mm. Die nächsten Formen waren Plattenkondensatoren gleicher Kapazität, ebenfalls aus Messing, mit einem Plattenabstand von 2 mm. Die Trägerstangen der beiden einander durchdringenden Systeme waren in starken Ringen aus Rotguß verschraubt, von denen je 2, oben und unten, durch Bernsteinsäulen voneinander isoliert waren. Eines der Systeme war wieder mit dem Gehäuse verbunden. Die Isolation war so vorzüglich, daß ein angeschlossenes Goldblatt-Elektroskop bei trockener Luft etwa eine Woche lang mit gespreizten Blättchen auf dem geladenen Kondensator stehen blieb. In gleicher Weise

<sup>1</sup> Jetzt P. T. Bundesanstalt, Braunschweig und Berlin.



wurde eine Reihe weiterer Kondensatoren verschiedenen Kapazitätswertes aufgebaut, z. T. mit 1 mm Plattenabstand. Für die Platten der räumlich größeren Stücke erhöhten Kapazitätswertes wurde das Leichtmetall Magnalium verwendet, d.h. Al mit Mg-Zusatz, um das Gewicht des Apparates herabzusetzen. So entstanden 2 Sätze von je 10, 10, 30, 50 nF mit der Summe von je  $100 \text{ nF} = 0,1 \mu\text{F}$ . Diese Sätze wurden später auf je einen fahrbaren Untersatz montiert und mit einer gemeinsamen Schaltvorrichtung versehen, mit deren Hilfe die Kondensatoren durch Stöpsel einzeln einschaltbar waren, so daß es möglich wurde, den Kapazitätsbereich zwischen 10 und  $100 \text{ nF}$  in Stufen von je  $10 \text{ nF}$  zu überbrücken. Die Anschlußvorrichtung ge-



Abb. 1. Satz von Normal-Luftkondensatoren  $0,01 + 0,02 + 0,03 + 0,04 \mu\text{F}$  ( $\Sigma = 0,1 \mu\text{F}$ ) mit Schaltvorrichtung, fahrbar montiert.

stattete den Anschluß kleinerer Kapazitätsnormale, so daß auch beliebige Zwischenwerte mit hoher Genauigkeit hergestellt werden konnten [2]. Abb. 1 zeigt einen solchen Kapazitätssatz. Diese Kondensatoren dienten nicht nur zur Aufrechterhaltung der Kapazitätseinheit, sondern lieferten außerdem den erforderlichen Kapazitätswert für die Darstellung der absoluten Widerstandseinheit.

Einen Schritt weiter gingen 1912 SCHERING und SCHMIDT [3]. Sie schufen einen Satz von Normal-Luftkondensatoren, der um eine Zehnerpotenz kleinere Kapazitätswerte erreichte. Er bestand aus Stücken zu 1000, 1000, 2000 und 5000 pF und einem Drehkondensator von der Maximalkapazität 2000 pF. Die Konstruktion der Systeme war die gleiche wie bei GIEBE, auch bei dem Drehkondensator war ein System mit dem Gehäuse verbunden, und zwar der Rotor. Der Plattenabstand betrug 2 mm, die Isolation bestand bei einem ersten, aus Messing gefertigten Modell aus Bernstein, bei einem zweiten aus Quarzglas. Dieses Modell war aus Al gebaut. Die oberste Platte jedes Gliedes der Festkondensatoren war mit einer Justiervorrichtung (Drehflügel) versehen. Die Kondensatoren wurden durch Aufeinandersetzen parallel geschaltet. Jedes

Glied besaß einen federnden Kontaktstift mit Platinspitze in der Mitte des Bodens und ein Kontaktplättchen aus Platin in der Mitte des Deckels, bei isoliert und mit demselben System verbunden, während das andere am Gehäuse lag. Der Aufbau stand auf einem Untersatz, der die Anschlußklemmen trug. Die Spitze des Turmes bildete der Drehkondensator, dessen Größe hinreichte, um die Einzelstufen zu überbrücken, so daß jeder Kapazitätswert zwischen etwa 150 pF (Anfangskapazität des Drehkondensators) und etwa 11 200 pF mit beliebiger Annäherung einstellbar war.

GIEBE tat einen weiteren Schritt zur nächsten kleineren Dekade, und zwar mit Hilfe einer neuen Druckringkonstruktion [2].

Zwei Metallplatten, ca. 5 mm stark, liegen, durch kleine Quarzglaszylinder gegeneinander und gegen den Kondensatorboden isoliert, über diesem übereinander darüber liegt, ebenfalls auf Quarzglasisolatoren, ein Druckring, der durch Löcher in den Metallplatten hindurch mit dem Kondensatorboden verbolzt ist. So gewinnt man in diesen eine feste Grundlage für den Aufbau der Plattensysteme, die auf je 3 Stützen aufgebaut sind und einander durchdringen. Somit ist das obere Ringsystem der alten GIEBESchen Bauform überflüssig geworden. Während die Normal-Luftkondensatoren des NBS<sup>1</sup> quadratische Platten besitzen, die an den Ecken gehalten sind, wobei die beiden Systeme eine Versetzung um  $45^\circ$  gegeneinander aufweisen und daher alle Stützen außerhalb des wirksamen Feldes liegen, ist hier bewußt von dieser Lösung Abstand genommen worden. Die Stützstangen greifen vielmehr die Platten in einer Mittelpunktsentfernung an, die etwas mehr als den halben Radius beträgt und daher das natürliche Arbeiten der Platten infolge innerer Spannungen weitgehend einschränkt.

Das Abgleichen geschieht grob mit der Plattenzahl, fein mit dem SCHERINGSchen Drehflügel, der in die oberste Platte eingebaut ist. Die Verluste sind praktisch = 0, da Quarzglas nur verschwindend geringe Verluste aufweist und überdies nur in äußerst kleiner Menge vorhanden ist. Beide Systeme sind vom Gehäuse isoliert und zu je 2 Anschlußbuchsen im Boden und im Deckel des Kondensators geführt; diese befinden sich nahe der Rande und ragen nicht über die äußere Oberfläche hinaus. Die Kondensatoren werden wie bei SCHERING und SCHMIDT, durch Aufeinandersetzen parallel geschaltet, wobei die Buchsen durch doppelseitig Bananenstecker verbunden werden. Letztere verschwinden restlos im Metall und liefern deshalb keinen Beitrag zur Gesamtkapazität, die daher innerhalb der Meßgenauigkeit gleich der Summe der Einzelkapazitäten ist.

Durch Metallmuttern über den Anschlußbuchsen kann jedes der beiden Systeme mit dem Gehäuse verbunden werden. Man hat es also in der Hand, nach Belieben entweder mit der Teilkapazität  $k_{12}$  oder mit einer der Betriebskapazitäten  $k_{12} + k_{10}$  oder  $k_{12} + k_{20}$  zu arbeiten. Die letztere wurde meist bevorzugt. In dessen erscheint es zweifelhaft, ob es ratsam ist, z.B. dem Benutzer in der technischen Praxis die Möglichkeit zu geben, an dem Kondensator zu schrauben; erfahrungsgemäß leidet die Konstanz darunter. Deshalb wird jetzt eins der Systeme unlösbar mit dem Gehäuse verbunden, wodurch sich der Aufbau nicht unerheb-

<sup>1</sup> National Bureau of Standards, Washington USA.

vereinfacht. Für spezielle Zwecke ist noch eine andere Bauform vorhanden, deren Teilkapazität  $k_{12}$  den Nennwert abgeglichen ist. Hier sind beide Systeme ständig vom Gehäuse isoliert.

Der Anschluß geschieht, wie bei SCHERING und HMDT, mit Hilfe eines Untersatzes. Die beiden zylindrischen Leiter des Untersatzes werden nach einem Erschlag des Verf. durch eine Trennwand einzeln abgeleitet; dadurch wird ihre Teilkapazität  $k_{12}$  gegeneinander = 0 gemacht. Das ist von Nutzen bei Messungen mit der Teilkapazität  $k_{12}$ .

Von dieser Bauform existiert eine kleinere Type mit 10 mm  $\varnothing$  und Kapazitätswerten von 100 bis 1000 pF. Eine größere mit 225 mm  $\varnothing$  und Werten von 1000 bis 10000 pF. Als Stufen wurden, nach einigen abweichenden Versuchen, die Werte 1, 2, 3, 4 gewählt, denen man alle Stufen bis 10 zusammensetzen kann. Die Stufe 5 wurde später hinzugenommen, weil sich diese Größe häufig als vorteilhaft erwies. Eine Gruppe von Kapazitäten kleiner Beträge von 10 bis 100 pF, gleicher Stufung, wurde später angeschlossen; sie sind gebaut wie die Druckringkonstruktion allein, wobei statt der Platten Ringe oder Ringsegmente verwendet sind. Das kleinste Glied, 10 pF, ist konstruiert nach dem Untersatz, jedoch ohne die Trennwand.

Eine andere Konstruktion kleiner Kapazitäten besteht aus einem Normalkondensatorgehäuse, durch dessen zylindrische Wand 4 kleine Zylinderkondensatoren mit Steckvorrichtung eingeführt werden können (Abb. 2). Im Innern befindet sich nur die Schaltvorrichtung von rd. 5 pF Kapazität. Die einzelnen Platten sind durch einen Pfropfen aus Trolitul isoliert, gleichzeitig als Halterung für das innere System vorgesehen, und deshalb nicht völlig verlustfrei. Sie haben Werte von 5, 10, 10 und 20 pF und werden durch den oben erwähnten Ringkondensator von 50 pF zu 100 pF ergänzt.

In der anderen Richtung schließen sich die Kondensatoren des bereits behandelten Wagens an, die jedoch nicht auch nach der Leiter 1 2 3 4 gestuft sind. Diese großen Stücke werden mit Trockengefäßen ausgerüstet, z.B. mit Silikagel (Blaugel) beschickt werden können. In diesem Falle müssen die Durchführungen der isolierten Systeme durch den Mantel mit Hilfe von Muttern aus Trolitul geschlossen werden. Diese Muttern verursachen bei der Größe der Kapazitätsbeträge einen merklichen Verlustwinkel und haben überdies einen Vorzug, als Staubschutz zu wirken.

Parallel mit der Konstruktion fester Kondensatoren lief die der zugehörigen Drehkondensatoren. Entnommen wurde die Druckringkonstruktion; der Kondensator steht also auf einem, der Rotor auf der anderen Seite auf beiden isolierten Grundplatten. Auf der letzteren ruht auf 3 Stützen, die Lagerplatte für das obere Lager. Die Kugellager sind, da für Schnellläufer konzipiert, in der Regel nicht erforderlich, haben aber den Vorzug völliger Spielfreiheit; sie müssen gegebenenfalls durch eine Kontaktfeder überbrückt werden. Entnommen wurde ferner die Anschlußvorrichtung, die hier naturgemäß auf den Kondensatorboden beschränkt ist. Weiter wurde von der SCHERINGschen Konstruktion die innenliegende, auf der Achse bewegliche, drehbare Skala übernommen, die mit Hilfe des Nonius durch ein Fenster im Deckel des Kondensators abgelesen wird. Heraus ragt allein der Drehkopf des Übersetzungsgetriebes, eines Cu-Rädchens,

mit dem die Skalenscheibe im Verhältnis von etwa 1:12 gedreht wird. Er besitzt 3 radiale Bohrungen zur Einführung eines Einstellstabes.

Die Form der Drehplatten ist halbkreisförmig; die Kapazität  $C$  ist daher eine lineare Funktion des Einstellungswinkels  $\varphi$ . Die Nennwertsgleichung hat die Form

$$C = C_a + \alpha \varphi, \quad (1)$$

die Nennwertskurve ist also eine Gerade. Zu beachten ist, daß sie im allgemeinen nicht durch den Nullpunkt geht.  $C$  nimmt für  $\varphi = 0$  den Wert  $C_a$  an; er kann als analytische Anfangskapazität bezeichnet werden. Sie ist keine physikalische Realität, sondern nur eine Rechengröße. Die Größe  $\alpha = dC/d\varphi$  ist die Kapazitätsänderung pro Bogengrad und wird als Steigungsfaktor bezeichnet. Die Kapazität folgt aber der Gleichung (1) meistens nicht exakt, was sich aus geringen mechanischen Unvollkommenheiten des Kondensators er-



Abb. 2. Zylinder-Steckkondensator kleiner Kapazität (5 + 5 + 10 + 10 + 20 pF).

klärt.  $C_\varphi$  wird exakt dargestellt durch die Meßwertgleichung

$$C_\varphi = C_a + \alpha \varphi + \Delta C, \quad (2)$$

wobei  $\Delta C$  selbst eine Funktion der Einstellung ist. Der Gleichung für  $C_\varphi$  entspricht die Meßwertkurve, die experimentell ermittelt wird (Eichkurve). Die Differenz zwischen beiden,

$$\Delta C = f(\varphi) \quad (3)$$

ist die Fehlerkurve; sie zeigt die Abweichung der Eichkurve von der Linearität und ist bei geschickter Wahl von  $C_a$  und  $\alpha$  längs des größten Teiles der Kurve nicht stark von Null verschieden, nimmt aber an beiden Skalenenden wegen der dort krummlinigen Felder größere Werte an.

Somit wird die wirkliche Anfangskapazität

$$C_0 = C_a + \Delta C_0 \quad (4)$$

und die Endkapazität

$$C_\pi = C_a + 180 \alpha + \Delta C_\pi. \quad (5)$$

Bei den Drehkondensatoren nach den Modellen der PTR ist Wert darauf gelegt, daß  $C_0$  und  $\alpha$  runde Werte besitzen, während das für die Endkapazität  $C_\pi$  nicht verlangt wird. Da  $C_0$  die Kapazität des Druckring-systemes enthält, hat es einen nicht unbedeutenden Wert.

Es gelang GIEBE durch einen geschickten Kunstgriff, gleichzeitig ein rundes  $C_0$  und ein konstantes  $\alpha$



zu erreichen. Er drehte das bewegliche Plattensystem in das feste soweit hinein, daß der Gesamtwert der Anfangskapazität  $C_0$  den Wert 100 pF erreichte. Auf diesen Wert wurde der Nullpunkt der Skala eingestellt und die Skala in der entsprechenden Lage auf der

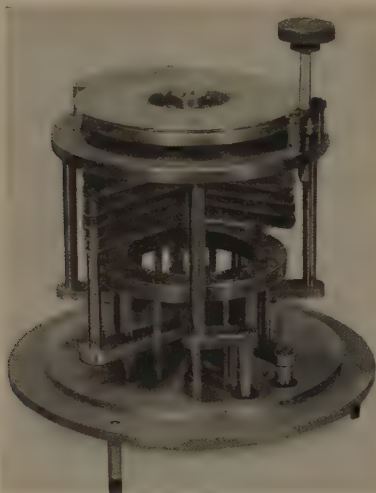


Abb. 3. Normal-Drehkondensator (Kreuzkonstruktion).

Achse befestigt. Die Eindrehung beträgt etwa 15 Grad. Sie reicht gerade hin, um das gekrümmte untere Ende der Meßwertkurve zum Verschwinden zu bringen, so daß  $\alpha$  von 0 an eine Konstante wird. Einen runden Wert desselben erreicht man durch Justieren des Abstandes (grob) oder des Radius (fein) der letzten Platte des Rotor-Paketes. Bei neueren Apparaten ist durch



Abb. 4. Normal-Drehkondensator kleiner Kapazität.

einen besonderen Justierkondensator von nur wenigen Platten dafür gesorgt, daß dies ohne Lockerung der Haupt-Plattenpakete ausgeführt werden kann.

Die Meßwertkurve eines solchen Kondensators beginnt also bei  $C_0 = 100$  pF und steigt fast exakt linear bis etwa  $\varphi = 160$  Grad. Oberhalb dieses Punktes beginnt bereits wieder eine leichte Abweichung von der Linearität, weil sich die Plattenränder wieder einander nähern. Bei  $\sim 165$  Grad liegt das Kapazitäts-

maximum, natürlich außerhalb des linearen Kurventeiles. Dann folgt ein schnelles Absinken wegen der jetzt einsetzenden Verkleinerung der wirksamen Plattenfläche. Der Apparat wird daher als Norm nur bis 160 p benutzt.

Der Vorzug der runden Werte von  $C_0$  und  $\alpha$  ist es, daß man den Kapazitätswert bei jeder beliebigen Einstellung leicht im Kopf ausrechnen kann, was in der Meßpraxis oft wertvoll ist. Da die Größe  $\Delta C$  auf der ganzen Skala bis  $160^\circ$  kleiner als 1% gehalten werden kann, so erreicht man auf diese Weise eine Genauigkeit, welche diejenige einer direkten Kapazitätsablesung mindestens erreicht, wenn nicht übertrifft. Für höher Genauigkeitsansprüche benutzt man eine graphische Darstellung der Fehlerkurve.

Wie bei den festen Kondensatoren, so haben sich auch hier im Laufe der Jahre bestimmte Typen herausgebildet, die durch ihren Steigungsfaktor charakterisiert sind. Diese folgen im wesentlichen, d. h. abgesehen von Sondergeräten, der Stufenleiter  $\alpha = 1, 3, 5$  pF/Grad; eine andere, für größere Kapazitäten bestimmte Folge, hat  $\alpha = 10$  und  $\alpha = 30$  pF/Grad. Die Typen größerer Kapazität haben natürlich auch größere Anfangskapazitäten, die hier auf 200 bzw. 300 pF abgeglichen werden. Die größten Typen besitzen Doppelsysteme nach MARCONI, d. h. sie haben 2 voneinander isolierte Statoren und Rotoren, doch ist je ein Stator mit je einem Rotor verbunden. Sind die Systeme gleichen Potentials ineinander gedreht, so hat die Kapazität ein Minimum, im anderen Fall ein Maximum. Da die Raumausnutzung bei diesen Apparaten günstiger ist als bei der normalen Konstruktion, so steigt ihre Kapazität stärker als ihr Volumen. Man kommt bei erträglichen Größen- und Gewichtsverhältnissen bis etwa 5000 pF. Da die Teilkapazitäten gegen das Gehäuse bei großen Kondensatoren eine weniger wichtige Rolle spielen, so werden die großen Typen, wie es auch bei den festen Kondensatoren geschieht, einseitig mit dem Schirmgehäuse verbunden.

Bei den kleinen Typen erwies es sich als notwendig, die Anfangskapazität zu verkleinern. Das wurde erreicht durch Anwendung von Kreuzen anstelle der Montageplatten. Die Arme der Kreuze, auf denen die Systeme stehen, sind gegeneinander versetzt und durch einen Druckring geklammert. Hiermit gelingt es, die Kapazität der Haltekonstruktion so weit zu verringern, daß  $C_0$  auf 50 pF einjustiert werden kann.

Diese Konstruktionsform hat ebenso wie die folgenden den besonderen Vorzug, daß ihre sämtlichen festen Isolatoren in den Teilkapazitäten  $k_{10}$  und  $k_{20}$  liegen. Beim Arbeiten mit der Teilkapazität  $k_{12}$  hat man also ein im strengen Sinne verlustfreies Dielektrikum, da in trockener Luft keine dielektrischen Verluste nachweisbar sind. Abb. 3 zeigt die Kreuzkonstruktion, Abb. 4 den Normal-Drehkondensator kleiner Kapazität.

Bei dieser kleinsten Type endlich mit  $\alpha$ -Werten von 0,1 und 0,3 pF/Grad ist der Rotor auf einem kleinen, nach der Druckringmethode isolierten Fuß montiert; er besteht nur aus wenigen Platten. Diese Apparate haben Anfangskapazitäten von 10 bzw. 20 pF.

Über die zeitliche Konstanz der Kondensatoren ist zu sagen, daß die langfristigen, offenbar durch klimatische Einflüsse verursachten Schwankungen bei den festen Kondensatoren nur wenige Zehntel Promille

smachen; bei den Drehkondensatoren sind sie etwas größer, erreichen aber  $10^6$  nicht. Während kurzer Zeiten, etwa während der Dauer einer Messung, kann eine Konstanz von  $1 \cdot 10^{-5}$  mit Sicherheit gehandelt werden. In dieser Größenordnung liegt auch der Temperaturkoeffizient; er ist also so klein, daß für die meisten Meßzwecke vernachlässigt werden kann. Infolge ihrer sehr kleinen Verluste stellen diese Kondensatoren Meßnormale von einer Phasenreinheit dar, wie sie nur noch von Widerständen extrem kleiner Leitkonstante angenähert erreicht werden dürften.

Als Normale größerer Kapazität ( $> 0,1 \mu\text{F}$ ) wurden häufig Glimmerkondensatoren verwendet. Um von deren spezielle Eigenschaften Erfahrungen zu sammeln, wurde eine Anzahl von Glimmerkondensatoren für Meßzwecke sowie von technischen Drehkondensatoren mit Hilfe der neu konstruierten Normale untersucht, deren Verlustfreiheit zuvor durch diesem Zwecke ersonnene Spezialmessungen bestätigt worden war. Die Untersuchungen wurden mit einer Reihe von Präzisionsmessungen an Normalkondensatoren besonders konstruierten modifizierten SCHERINGbrücke durchgeführt, mit der sich bis dahin ungewohnte Genauigkeiten erreichen ließen. Bei den Glimmerkondensatoren zeigte sich, daß trotz Verwendung guten Glimmers Verluste auftreten, die durch das zur Montage des Kondensators verwendete Isoliermaterial (Holz, Hartgummi, Rüscheschlauch) verursacht sind. Ferner waren oft die Einzelabteilungen mehrstufiger Glimmerkondensatoren ungleichförmig angeschlossen, so daß über verschiedenen Potentials im Kondensator nebeneinander lagen, oft nur durch ein Blatt Preßspanrennt. Das hatte zur Folge, daß die gemessene Kapazität mehrerer gleichzeitig gestöpselter Stufen nicht übereinstimmte mit der Summe der für die Stufen gemessenen Einzelwerte, weder in der Kapazität noch im Winkel. Ferner wurde die Kapazität der Schaltvorrichtung nebst Anschlußkontakten als selbständige Stufe mit der Bezeichnung Schaltungskapazität definiert und hierdurch gezeigt, daß die obige Vergleichung, wenn die innere Anordnung in Ordnung ist, mit bemerkenswerter Genauigkeit stimmt. An Drehkondensatoren mit Luft als Dielektrikum zeigte sich, daß sie keineswegs verlustfrei waren, wie zu erwarten, sondern durch das zum Aufbau verwendete feste Isoliermaterial mit erheblichen Verlusten behaftet. Richtlinien für den Bau einwandfreier Kondensatoren wurden festgestellt und veröffentlicht [4].

Die Erkenntnis, daß die Verluste von Glimmerkondensatoren zum wesentlichen Teil durch die Anordnung der Schaltvorrichtung bedingt sind, führte zu Verbesserungsvorschlägen sowohl für Stöpsel- wie für Drehkondensatoren. Für erstere wurde eine Konstruktion [5] angegeben (Abb. 5), die die dielektrischen Verluste durch die Kriechstromverluste auf der meist verwendeten Hartgummiplatte, die die Schaltklötze trägt, vermeidet. Die Kontaktklötze sind als vierkantige Ringe auf zwei Balken B aus keramischem Material aufgeschraubt<sup>1</sup>, sie befinden sich frei in der Luft, so daß Staub zwischen ihnen hindurchfallen und von dem darunter befindlichen Auffangblech durch einen Abblasen oder Auspinseln entfernt werden kann.

Für Kurbelkondensatoren wurde eine Schaltkurbel [6] konstruiert, die ebenfalls völlig verlustfrei aufgebaut werden kann. Die beiden halbkreisförmigen Schaltsegmente S (Abb. 6) sind durch ein Druckringsystem ähnlich dem der Normalluftkondensatoren festgeklammert. Sie schleifen zwischen je 2 Bürsten, von denen die eine von oben und die andere von unten

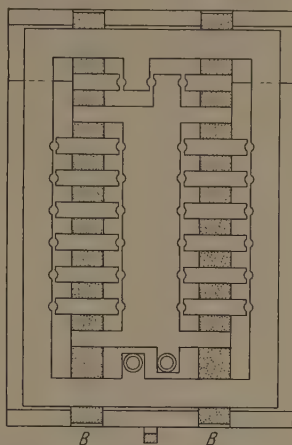


Abb. 5. Schaltkonstruktion für Stöpselkondensatoren.

drückt. Somit wird der Druck der Bürsten auf die Achse und damit auf die Montageplatte aufgehoben. Abb. 6 zeigt einen Winkelschnitt durch die Kurbel<sup>1</sup>; er läßt links die Bürste, rechts die Halterung erkennen. Die Konstruktion wurde von mehreren Herstellern übernommen; die damit ausgerüsteten Kondensatoren erwiesen sich als einwandfrei.

Hier soll auch mit ein paar Worten der Tätigkeit anderer Mitarbeiter gedacht werden. SCHERING beschäftigte sich mit der Untersuchung dielektrischer

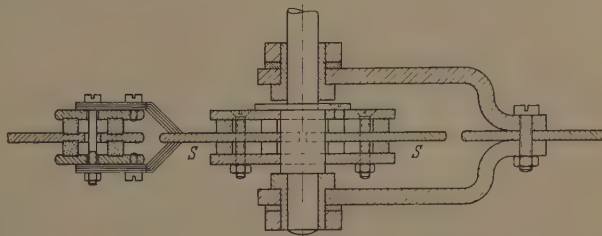


Abb. 6. Schaltkurbel.

Stoffe und baute zu diesem Zwecke eine Reihe von Schutzringkondensatoren für feste und flüssige Dielektrika sowie auch eine völlig geschirmte Brücke [7] für kleine, feste Isolierstoffproben, die die Erreichung erheblich höherer Genauigkeiten gestattet als das normale Substitutionsverfahren.

Einen wertvollen Beitrag zur absoluten Präzisionsmessung kleiner Kapazitäten bildete die von GIEBE, SCHERING und SCHMIDT entwickelte Doppelunterbrechermethode [8] mit dem Ziel der Neubestimmung der Lichtgeschwindigkeit aus dem Verhältnis der aus den Abmessungen berechneten elektrostatischen Kapazität und der in internationalen Farad gemessenen Kapazität

<sup>1</sup> Ausführung Siemens & Halske, Berlin.

<sup>1</sup> Ausführung R. Jahre, Berlin.



von Schutzringkondensatoren. Konstruktion und Ausführung dieser Apparate sowie der zugehörigen Kontrollnormale können als Präzisionsarbeit im höchsten Sinne gelten. Leider wurde die Arbeit infolge des Wegganges von SCHERING nach Hannover abgebrochen.

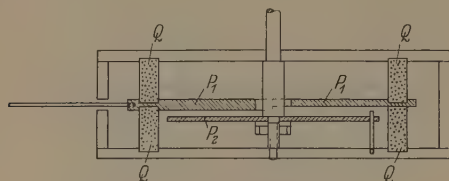


Abb. 7. Schema des Differentialkondensators.

Als Vergleichsnorm für die bereits erwähnte SCHERINGsche Brücke diente früher der PETERSEN-Kondensator, der gewöhnlich ortsfest an der Decke des Meßraumes montiert war und deshalb etwas Unbequemes in die Meßanordnung hineinbrachte. Außerdem ist seine Überschlagnspannung begrenzt. Um mit

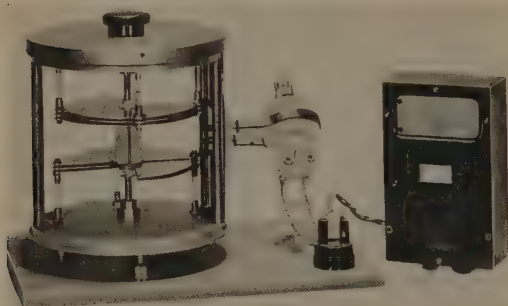


Abb. 8. Drehkondensator kleiner Anfangskapazität.

höheren Spannungen arbeiten zu können, konstruierte SCHERING gemeinschaftlich mit VIEWEG einen Preßgaskondensator [9], der durch eine besondere Konstruktion der Elektroden bemerkenswert ist. Die Meßelektrode wird von der Hochspannungselektrode vollständig abgeschirmt; zu ihr hinein führt ein geerdetes Rohr, das

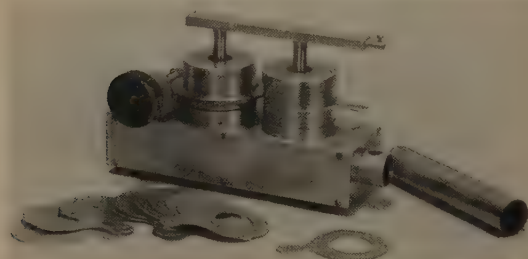


Abb. 9. Lochblenden-Kondensator mit einstellbarer Teilkapazität  $K_{12}$ .

durch die äußere Elektrode hindurch und in die innere eintritt und im Inneren die Zuleitung zur Meßelektrode führt. Der Schutzspalt liegt also im schwachen Felde, der Verschluß erfolgt durch ein starkes Feld gegen Erde, so daß Kraftlinien weder von innen aus- noch von außen eintreten können. Der Apparat ist in ein geschlossenes Gehäuse, dessen wesentlicher Teil aus

einem Hartpapier-Isolierrohr besteht, gasdicht eingebaut, und zwar so, daß er einerseits als Preßgaskondensator und andererseits als Vakuumkondensator benutzt werden kann. Er verwendet die Teilkapazität  $K_{12}$  als Meßkapazität, die frei von festem Dielektrikum und daher verlustfrei ist, und hat einen Kapazitätswert von etwa 50 pF.

In der Folgezeit veranlaßte das Problem der exakten Messung sehr kleiner Kapazitäten, z. B. der Elektrodenkapazitäten von Schirmgitterröhren und später von Pentoden, die Konstruktion von Meßkondensatoren für solche Zwecke. Die Aufgabe wurde auf verschiedene Art gelöst. Die erste Lösung war ein Differentialkondensator [10]. Was in der Radiotechnik als solcher bezeichnet wird, ist m. E. kein Differentialkondensator, sondern ein Differenzkondensator, bei dem zwei Statoren mit gemeinsamen Rotor eine positive oder negative Kapazitätsdifferenz einzustellen gestatten. Bei unserem Apparat ist nur ein Stator ( $P_1$  in Abb. 7) vorhanden; er ist durch Quarzkörper ( $Q$ ) isoliert und hat Vollkreisform, trägt aber eine diametral verlaufende Stufe von der Höhe  $\Delta a$ , so daß man beim Drehen des halbkreisförmigen Rotors  $P_2$  einen Kondensator größeren Plattenabstandes gegen einen kleineren Abstandes auswechselt. Der Steigungsfaktor, d. h. die Kapazitätzunahme  $\Delta C$  für 1 Grad Drehung, kann also beliebig klein gemacht werden, wenn man nur die Stufenhöhe  $\Delta a$  hinreichend klein macht. Hier liegt also ein wirklicher Differentialquotient  $dC/da$  vor. Es läßt sich zeigen, daß die Differenz  $\Delta C$  sich darstellen läßt durch den Ausdruck

$$\Delta C = \frac{\text{const}}{a^2} \Delta a, \quad (6)$$

wobei die Konstante den Plattenradius enthält und  $a$  sowie  $a + \Delta a$  die Plattenabstände sind. Der Apparat fand erstmalige Anwendung bei einer Untersuchung der Magnetostriktion [11] durch SCHULZE.

Eine zweite Lösung derselben Aufgabe stellt der abgeschirmte Kohlrausch-Kondensator dar. Dieser besteht bekanntlich aus zwei kreisförmigen Platten, deren Abstand  $a$  veränderbar ist. Es ist die älteste Kondensatorform für Vorlesungszwecke. Hier ist er in ein Gehäuse eingebaut, das dem der Normalkondensatoren nach den Modellen der PTR entspricht. Der Plattenabstand ist durch eine Schraubenspinde mit Längs- und Trommelteil veränderbar. Die Eichkurve hat hyperbolischen Charakter. Ist die vorgenommene Axialverschiebung  $\Delta a \ll a$ , so gilt wieder Gleichung (6), natürlich mit einer anderen Konstanten, d. h. kleinere Kapazitätsdifferenzen erweisen sich bei größerem Plattenabstand als praktisch linear von der Einstellungs-differenz abhängig, wobei der Proportionalitätsfaktor noch mit Hilfe der Einstellung des Plattenabstandes innerhalb gewisser Grenzen wählbar ist [12].

Erwähnt möge noch werden, daß BLECHSCHMIDT im DAMG ebenfalls Drehkondensatoren für die Messung sehr kleiner Kapazitäten geschaffen hat, die auf dem Prinzip der Reihenschaltung beruhen [13].

Eine andere Aufgabe war die Schaffung eines Drehkondensators mit extrem kleiner Anfangskapazität. Sie hängt mit der vorgenannten insofern zusammen, als für die Bestimmung sehr kleiner Kapazitäten keine hohe Ballastkapazität erwünscht sein kann, damit die zu messende Größe nicht als Differenz zweier großer

hülen erscheint. Sie hat ferner Vorzüge bei der Messung kurzer Wellen, weil man hier mit einer Resonanzwellenmesser-Schaltung sehr weit herunterkommen kann, ehe man zur Meßleitung greifen muß. Die üblichen Kurzwellenkondensatoren haben zwei Statoren, die die Anschlußklemmen tragen, und einen gemeinsamen Rotor, so daß zwei in Reihe liegende Drehkondensatoren vorhanden sind. Die Statoren sind gewöhnlich auf einer Grundplatte nebeneinander montiert und haben daher eine nicht unbedeutende Kapazität gegeneinander. Diese wurde dadurch herabgesetzt, daß die Statoren um  $180^\circ$  gegeneinander ersetzt angeordnet wurden (vgl. Abb. 8). Durch eine Abschirmung wurde der Kapazitätswert exakt definiert. Für gute Schwingfähigkeit ist auch die Symmetrie der Anordnung vorteilhaft [14]. Mit einem solchen Resonanzwellenmesser erreichte ADELSBERGER in der PTR unter Verwendung kapazitätsarmer Spulen eine Wellenlänge von weniger als 1 m, während die normalen Wellenmesser bereits bei einigen Metern aufhören.

Bis zum Werte 0 der Anfangskapazität zu kommen, gelang mit einer andern Konstruktion, die statt einer Betriebskapazität eine Teilkapazität als Meßorgan benutzt. Sie hat demgemäß drei Anschlüsse, von denen einer geerdet ist, und ist deshalb für Resonanzschaltungen nicht geeignet, wohl aber für Brückenschaltungen, bei denen ja drei Punkte verschiedenen Potentials vorhanden sind, von denen einer an Erde liegt. Der Kondensator besteht in Weiterführung des Gedankens der Konstruktion des oben genannten Untersatzes aus zwei einzeln abgeschirmten Statoren; in der Trenn- und zwischen beiden ist eine kreisförmige Öffnung, deren Größe die Kapazität definiert. Sie wird durch einen Satz einschiebbarer Lochblenden oder durch eine Irisblende dargestellt. Im ersten Fall ergibt sich ein Satz kleiner Normale von 0,001 bis 0,1 pF, im anderen ein regelbarer Normalkondensator von demselben Bereich. Eine geschlossene Blende ergibt die Kapazität 0 und dient bei Messungen als Bezugspunkt [15]. Abb. 9 zeigt ein Modell des Kondensators.

Ein zweiter Apparat ähnlicher Art [16] besitzt eine halbkreisförmige Öffnung, die durch einen am gedrehten Gehäuse liegenden Drehflügel geschlossen werden kann. Dann ist der Verschiebungsstrom zwischen den Statoren gesperrt und die Kapazität  $k_{12}$  zwischen beiden = 0. Die Teilkapazitäten  $k_{10}$  und  $k_{20}$  liegen nicht im Meßzweig, sondern im Nachbarzweig, der nur die Phaseneinstellung der Brücke beeinflusst, der parallel zur Stromquelle. Sie gehen daher in die Kapazitätsmessung nicht ein. Der Apparat hat die äußere Form der PTB-Normale; sein Kapazitätsbereich geht nur bis etwa 20 pF. Als Ergänzung wurde ein Kondensator größerer Kapazität mit ähnlichen Eigenschaften gebaut, dessen Konstruktion aber von der oben beschriebenen wesentlich abweicht. Zwei Statoren sind, gegen das Gehäuse isoliert, so angeordnet, daß sie sich gegenseitig durchdringen und einen Winkel von etwa  $20^\circ$  miteinander bilden. Zwischen ihnen läuft ein normaler Rotor mit halbkreisförmigen Platten. Ein geerdetes Schirmblech umschließt die halbkreisförmigen Ränder der Statoren, deren Bestätigungslaschen das Schirmblech frei durchsetzen und außerhalb desselben von Stützen getragen werden. Die Streuung der Stützen gegeneinander wird durch Klappen beseitigt, die vom Schirmblech bis zum Ge-

häuse reichen. Die Kapazität geht infolge der zahlreichen Durchdringungen nicht ganz bis auf 0 herunter, aber immerhin bis auf 0,2 bis 0,3 pF. Die Endkapazität kann leicht bis auf 500 pF gebracht werden. Die Teilkapazitäten gegen das Gehäuse sind natürlich nicht unbedeutend. Man kann auch Drehkondensatoren normaler Konstruktion bauen, die beiderseitig vom Gehäuse isoliert sind; deren Gehäusekapazitäten sind wesentlich kleiner, dafür muß man dann aber einen erheblichen Betrag der Anfangskapazität in Kauf nehmen.

Die Vorzüge der Neukonstruktion sind:

1. Die Anfangskapazität ist praktisch = 0.
2. Die Meßkapazität ist frei von festem Dielektrikum, hat also auch keine dielektrischen Verluste.
3. Die Konstanz ist so groß wie bei festen Kondensatoren, da es sich um einen Festkondensator mit drehbarem Schirm handelt.
4. Die Teilkapazität  $k_{12}$  ist besser definiert, weil sie mit keiner Durchführung behaftet ist.
5. Der Ladestrom passiert kein Achsenlager.

Nun ergab sich die Notwendigkeit, auch feste Normalkondensatoren zu haben, die auf  $k_{12}$  abgeglichen sind, da sie ja die Vorzüge 2, 3 und 4 ebenfalls besitzen. Das gelang einfach dadurch, daß man zwischen die beiden Platten oder Ringe, die die Systeme tragen, einen dritten, mit dem Gehäuse verbundenen Ring einschob. Dieser kann schwach dimensioniert sein, da er ja nur einen Schirm darstellt. Auf diese Weise werden z. Zt. die Kapazitätsgrößen zwischen 100 und 10000 pF hergestellt.

Inzwischen wurden jedoch auch die Meßverfahren nicht vernachlässigt. Unter Benutzung des kleineren Kondensators ohne Anfangskapazität wurde eine Meßbrücke für kleine Kapazitäten konstruiert und von den einschlägigen Firmen gebaut. Sie besitzt 3 Meßbereiche, nämlich 0—1, 0—10 und 0—100 pF, die durch entsprechende Schaltung der Widerstände erreicht werden [16].

Eine andere Kapazitätsmeßbrücke zu überschläglichen Messungen an Kapazitäten mittlerer Größe wurde konstruiert, die sich durch eine einfache Umschaltung in eine Induktivitätsmeßbrücke verwandeln läßt. Beide Schaltungen haben 5 Meßbereiche von je einer Dekade Umfang und liefern eine Meßgenauigkeit von wenigen Promille [17]. Ferner wurde, in Zusammenarbeit mit SCHULZE, ein Registrierungsverfahren für Kapazitätsänderungen angegeben und experimentell ausgeführt, zur laufenden Beobachtung veränderlicher Kapazitäten oder daran angeschlossener physikalischer Vorgänge [18]. Es setzt sich zusammen aus einer Kapazitätsbrücke nach SCHERING mit einem Audion als Indikator, dem ein kompensiertes Schleifengalvanometer nach MECHAU angehängt ist, das man bekanntlich zum Registrieren mit Hilfe von Photopapier benutzen kann.

In der Meßtechnik der dreißiger Jahre ließen sich zwei ausgesprochene Richtungen erkennen: die eine war durch die Bedürfnisse der Röhrentechnik bedingt und führte zu immer kleineren Kapazitätswerten, für die Meßverfahren anzugeben und Normale zu entwickeln waren, die andere war durch die Einführung des Metallpapierkondensators sowie des Elektrolytkondensators gegeben und suchte immer größere Kapazitätswerte meßtechnisch zu erfassen. In ge-



meinschaftlicher Arbeit mit PFESTORF wurde aus der SCHERINGSchen Hochspannungsbrücke ein Meßverfahren zur Untersuchung von großen Kapazitäten entwickelt [19]. Das war insofern verhältnismäßig einfach durchführbar, als die SCHERINGSche Modifikation seiner bekannten Brücke für Hochspannungszwecke Rücksicht nehmen muß auf die Strombelastbarkeit des mit dem Prüfling in Reihe liegenden Widerstandsweiges. Ob nun die hohe Stromstärke durch Hochspannungsbelastung relativ kleiner Kondensatoren zustande kommt oder durch Betrieb sehr großer Kondensatoren bei normaler Spannung, ist für den erwähnten Meßzweig belanglos.



Abb. 10. Zylinderkondensator als absolutes Kapazitätsnormal.

Die Konstruktion von Normalen für hochkapazitive Kondensatoren ist bekanntlich insofern schwierig, weil man mit Luftkondensatoren die erforderlichen Kapazitätswerte nicht mehr erreicht. Wendet man hinreichend dünne feste Dielektrika an, so sind die an Normale zu stellenden Ansprüche an Konstanz und Verlustfreiheit von einer gewissen Kapazitätsgröße an nicht mehr zu realisieren. Man ist also genötigt, von der Verwendung von Normalen abzusehen und statt dessen Kontrollmeßverfahren zu benutzen. Hierzu erwies sich das Thermowattmeter nach BRÜCKMAN [20] als geeignet, da es noch relativ geringe Leistungen auch bei großen Blindströmen anzeigt. Aus  $N$ ,  $U$ ,  $I$  und  $\omega$  lassen sich dann  $C$  und  $\tan \delta$  nach bekannten Formeln errechnen. Natürlich sind die abgelesenen Größen mit Korrekturen behaftet, wie beim elektrodynamischen Wattmeter auch.

Eine dritte [21] Methode benutzt die bekannte MAXWELLSche Brückenschaltung. Hier wird das Gleichgewicht durch Einstellung eines Widerstandes  $R$  zu einem großen Induktivitätsvariators  $L$  erreicht. Nach Abgleichung mit Wechselstrom wird der Wechselstromindikator durch ein Galvanometer ersetzt und eine Gleichstrommessung ausgeführt. Dann gilt, weil  $R_+$  und  $R_-$  die Einstellungen des Brücken-Rheostaten bei Gleichstrom und bei Wechselstrom bedeuten.

$$C = \frac{L}{P} (1 + \tan^2 \delta) \quad (1)$$

$$\tan \delta = \frac{P}{\omega L} \left( \frac{1}{R_+} - \frac{1}{R_-} \right) \quad (2)$$

$P$  ist das Produkt der festen Brückenwiderstände.

Eine vierte [22] Methode wurde mit Hilfe der Kapazitätsmeßbrücke in der Weise ausgeführt, daß die große Kapazität  $C_x$  mit einem wesentlich kleineren Normalluftkondensator in Reihe gelegt wurde. Nach Abgleichung wird eine zweite Messung mit kurz geschlossenem  $C_x$  ausgeführt, wobei die Einstellung eines Drehkondensators, der dem Meßzweig parallel geschaltet ist, sich ändert. Hieraus und aus der Einstellungsänderung des Phasenkondensators in einem der Widerstandsweige können  $C$  und  $\tan \delta$  nach einfachen Formeln ermittelt werden.

Alle diese Meßmethoden wurden durch Kontrollmessungen geprüft und miteinander verglichen; sie ergaben übereinstimmende Resultate innerhalb einer Meßgenauigkeit von etwa 1% sowie innerhalb der zeitlichen Konstanz der Meßobjekte, die naturgemäß z. B. bei Elektrolytkondensatoren, nicht sehr hoch ist.

Im Zuge der Wiederaufnahme der Darstellung der Widerstandseinheit in absolutem Maß wurde die Meßgenauigkeit der absoluten Methode zur Bestimmung von Kapazitäten nach MAXWELL-THOMSON [23] wesentlich verbessert, was der Schaffung einer erhöhten Sicherheit in den Werten der Normal-Luftkondensatoren gleichkam. Die Ausführung des Anschlusses eines Normalensatzes an das absolute Maß wurde folgendermaßen bewerkstelligt. Mit der genannten Anordnung wurde der größte der vorhandenen Normalluftkondensatoren absolut gemessen. Es war dies ein inzwischen gebautes Modell [2] von 40 cm  $\varnothing$  und 0,1  $\mu F$  Kapazität. Die Konstruktion ist ähnlich wie die der GIEBESchen Stücke zu 50 000 pF. Die Rotgußringe oben und unten, zwischen denen die Quarzisolatoren angeordnet sind, sind übernommen. Mit Rücksicht auf die Durchbiegungsmöglichkeit der großen Bleche aus Duralumin von 1,25 mm Stärke und 1 mm Abstand ist außer den 4 Trägerstangenpaaren in den Ringen noch ein fünftes Trägerstangenpaar in der Plattenmitte angeordnet, das oben und unten in je zwei Brücken befestigt ist, welche die Ringe diametral überspannen. Drei solcher Kondensatoren wurden von der Firma SELINGER Berlin<sup>1</sup> gebaut. Sie wurden außer als Anschlußnormale auch für die absolute Ohmbestimmung gebraucht. Wie die Erfahrung gezeigt hat, ist die Konstanz dieser Apparate trotz des geringen Plattenabstandes ausreichend. Sie müssen jedoch etwas häufiger nachkontrolliert werden als die Geräte mit 2 mm Plattenabstand.

<sup>1</sup> Die Herstellung der Normal-Luftkondensatoren sowie der Meßbrücken übernimmt heute die Fa. Polland, Kiel-Mönkeberg.

Ist die Kapazität eines solchen Kondensators abt bestimmt, so wird er mit 2 Stücken zu je 50000 pF der Kapazitätsbrücke verglichen; darauf die beiden ecke zu 50000 pF miteinander. Somit kennt man e Summe und ihre Differenz und damit jeden einen von ihnen. Jetzt wird ein 50000 pF-Kondensor mit der Summe eines zu 30000 und eines zu 000 pF verglichen, darauf 30000 mit 20000 + 10000, 20000 mit 10000 + 10000 und schließlich 000 und 10000 miteinander. Dann kennt man ganze Dekade zwischen 100000 pF und 10000 pF. n muß man in gleicher Weise, von 10000 pF gehend, die Dekaden von 10000 bis 1000 und 1000 bis 100 pF untersuchen. Die Fehler des fahrens können sich zwar summieren, aber sie chen sich erfahrungsgemäß auch mehr oder weniger. Das zeigt sich, wenn man den Anschluß von 000 zu 100 auf mehreren Wegen, z. B. über veredene Exemplare oder verschiedene Kapazitätsßen oder beides vornimmt. Dann weichen die erte für 100 pF in der Regel nicht stark voneinander

Um aber auch hier Sicherheit zu gewinnen, war bsichtigt, das Endglied 100 pF an einen absolut echenbaren variablen Zylinderkondensator anzuleßen. Der Kondensator wurde von der Hauptkstatt der PTR gebaut. Da im Nenner seines Kapatsausdruckes der log nat des Radienverhältnisses tritt, so bewirkt ein thermischer Einfluß keine apazitätsänderung, sofern man die Achsenlänge onstant hält, also z. B. die dafür zuständige Spindel

Invar macht. Als Zylindermaterial wurde Bronze ählt. Die Kantenkorrekturen wurden rechnerisch ücksichtigt; die Zylinderfehler infolge Exzentrizität, onizität und Achsendivergenz erwiesen als sehr klein. Abb. 10 zeigt eine Ansicht des aparates [24]. Messungen konnten mit dem Kondensor leider nicht mehr ausgeführt werden, da dieser Kriegsende verloren ging.

Was den Einfluß der Temperatur auf das Vereten von Luftkondensatoren betrifft, so ergab sich den TK<sup>1</sup> der großen Normalluftkondensatoren Betrag von etwa + 30 Millionstel/° C. Zur Vergerung dieses Betrages wurde eine Vorrichtung koniert, mit der es gelingt, den TK eines Luftkondensors ganz nach Belieben positiv, negativ oder gleich ll zu machen [25]. Das Prinzip ist kurz folgendes: Abb. 11): Zwischen zwei leitend verbundenen festen Platten  $P_1$  ist eine axial verschiebbare Platte  $P_2$  isot angeordnet. Ihre Achse ist in ein temperaturpfindliches Metallstangensystem  $ZI$  bei  $S$  veriebbbar eingeschraubt, etwa in ein umgekehrtes tpendel. Solange die verschiebbare Platte in der e rte zwischen den festen steht, ist der Effekt einer rmischen Verschiebung ein solcher zweiter Ordnung; ist es aber nicht mehr, wenn man die Mittelplatte ie Nähe einer der festen Platten einstellt (in Abb. 11 gestrichelt angedeutet). Dann wird der TK in einen Falle negativ, im anderen positiv. Man n nun sowohl die Plattenzahl als auch die Rostebe vervielfachen und erhält ein temperaturempfindliches Zusatzgerät, das dem Kondensator parallel chaltet wird, und dessen Kapazität beim Bau des ndensators berücksichtigt wird. Damit kann man sen Temperaturkoeffizienten überkompensieren, so

daß sich der resultierende TK von positiven Werten durch Null hindurch zu negativen Werten beliebig einstellen läßt. Die Untersuchungen sind noch im Gange.

In Abb. 11 ist eine Ausführungsform des Gerätes skizziert, bei der das temperaturempfindliche System aus einer Anzahl konaxialer Röhren besteht, die abwechselnd aus Zink ( $TK = + 33 \cdot 10^{-6}/^{\circ}C$ ) und Invar ( $TK = 0$ ) gefertigt sein mögen und an abwechselnden Enden miteinander verbunden sind. Das äußere (Invar-) Rohr ist an dem Montagegerüst des Apparates befestigt, der innere (Zink-) Stab mit dem verschiebbaren System justierbar verschraubt. Haben die Zinkkörper eine Gesamtlänge von  $\sim 1$  m, so läßt sich bei 2 mm Plattenabstand eine Kapazitätsänderung von 1% pro Grad C leicht erreichen. Der Apparat kann also etwa den 400-fachen Kapazitätsbetrag temperaturunabhängig machen, wenn dessen TK in der Größenordnung von  $25 \cdot 10^{-6}/^{\circ}C$  liegt, was für Normal-Luftkondensatoren angänähert zutreffen dürfte.

Um die Schaffung von Verlustwinkelnormalen hat sich HOYER mit Erfolg bemüht. Er benutzt dazu Normal-Luftkondensatoren, Modell PTB, in deren Untersatz ein Widerstand eingestöpselt wird [26]. Besonders bemerkenswert ist ein regelbares

Verlustwinkelnormal, welches aus zwei gleichen parallel geschalteten Drehkondensatoren auf derselben Achse besteht, von denen der eine bei der Drehung vergrößert, der andere verkleinert wird. Dem einen von ihnen ist ein Widerstand vorgeschaltet. Dadurch erhält man eine stetige Regelung der  $\tan \delta$  zwischen zwei Grenzwerten, während die Kapazität unverändert bleibt. Messung und Berechnung dieser Normale zeigen recht gute Übereinstimmung. Sie sollen dazu herangezogen werden, um eine  $\tan \delta$ -Meßbrücke für Hochfrequenz aufzustellen.

Der jüngste Fortschritt auf meßtechnischem Gebiete bezieht sich auf die Verbesserung der Verlustwinkelmessgenauigkeit bei der SCHERINGBRÜCKE [27]. Natürlich ist die Brücke im Laufe der Jahre ohnehin empfindlicher und bequemer in der Handhabung gemacht worden. Dies geschah z. B. durch Auswechslung des Telefons zunächst gegen eine Abstimmanzeigerröhre mit Vorverstärker, ein sogenanntes magisches Auge, die sich auch in einer Minimumschaltung wie hier recht gut verwenden läßt, später durch einen Verstärker mit Gleichrichter und empfindlichem Gleichstromgalvanometer. Dann wurde ein WAGNERSCHER Hilfszweig hinzugefügt, so daß auch Teilkapazitäten sich im direkten Verfahren und ohne Umwege über

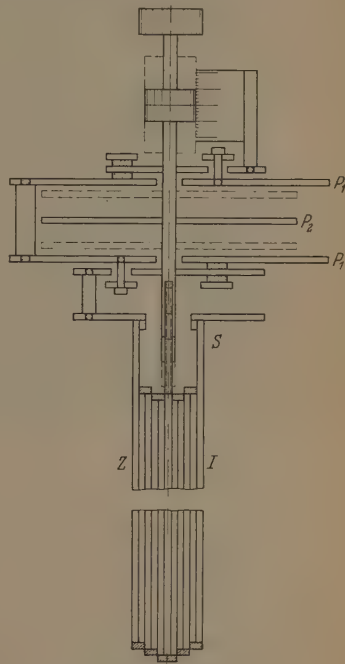


Abb. 11. Temperatur-Ausgleichsgerät für Normal-Luftkondensatoren.

<sup>1</sup> Temperatur-Koeffizient.



Betriebskapazitäten bestimmen lassen. Durch diese Erweiterung wird man auch in die Lage versetzt, mit den besser definierten Normalen zu arbeiten, deren Teilkapazität  $k_{12}$  auf den Nennwert abgeglichen ist und kein festes Dielektrikum enthält, so daß sie unter bestimmten Voraussetzungen als absolut verlustfrei anzusehen ist. Der WAGNERSche Hilfszweig macht eine Trennung der leitenden Verbindung mit der Stromquelle, also das Vorschalten eines Transformators, erforderlich. Auch für den Indikator ist dies zweckmäßig. Besonders im letzteren Falle verwendet man mit Vorteil angepaßte Übertrager mit kleiner Gehäusekapazität. Eine spezielle Maßnahme zur Erhöhung der Verlustwinkelgenauigkeit aber ist die Abzweigung eines kleineren Teiles  $\rho$  in den Widerstandszweigen von dem Gesamt Widerstand  $R$ , die sich wie 1:10 verhalten. Der Phasen-Drehkondensator kann nun durch eine Um-

Praxis die Hochfrequenzmeßtechnik an Kondensator stärker in den Vordergrund, doch haben sich die Konstruktionen der PTB praktisch als frequenzunabhängig und daher auch bei hohen Frequenzen als brauchbar erwiesen, wobei vielleicht nur bezüglich des Verlustwinkels gewisse Einschränkungen zu machen sind. Obwohl Prophezeiungen stets mit Vorsicht gehandelt werden sollten, so läßt sich jedoch unschwer voraussehen, daß in Zukunft Hochfrequenzmeßverfahren erhöhter Genauigkeit nebst speziell für Messungen an Hochfrequenz konstruierten Normalen eine erhöhte Bedeutung gewinnen werden.

### Zusammenfassung

Die seit dem Anfange des Jahrhunderts in der Physikalisch-Technischen Reichsanstalt und in ihren Nachfolgebehörden entwickelten Meß- und Normalkondensatoren werden in bezug auf ihre Konstruktionsform sowie auf ihre apparativen und elektrischen Eigenschaften erörtert. An die ursprünglich von GIEBE sowie von SCHERING und SCHMIDT angegebene Konstruktion, bei der praktisch nur eine Betriebskapazität benutzt wird, schließt sich die des Verfassers an, die die Teilkapazität zwischen zwei Leitern als Meßgröße verwendet, die von einem dritten umschlossen werden wodurch 3 Teilkapazitäten entstehen. Diese Konstruktion gestattet z. B. Drehkondensatoren mit der Anfangskapazität 0 zu bauen. Zahlreiche Einzelheiten, auch solche für kleinste Kapazitäten, werden besprochen. Für diese sowie für sehr große Kapazitäten wird eine Reihe von Meßverfahren angegeben. Zylinderkondensatoren werden z. B. als Preßgas-Normalkondensator für Hochspannung nach SCHERING und VIEWEG sowie als absolutes veränderbares Kapazitätsnormal in die Betrachtung gezogen. Verlustwinkelnormale nach HOYER sowie Verbesserungen der Temperaturabhängigkeit von Normal-Luftkondensatoren und der Verlustwinkelmeßgenauigkeit der Meßbrücken bilden den Schluß der Erörterungen.

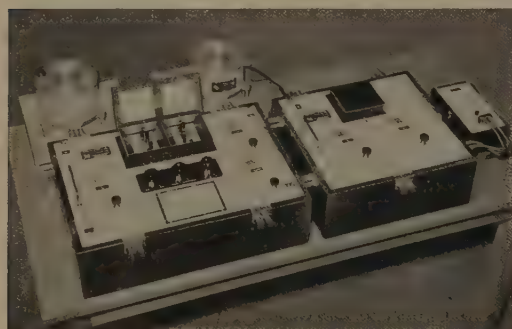


Abb. 12. Moderne Form einer Kapazitäts-Meßbrücke für Präzisionsmessungen höchster Genauigkeit.

schaltung entweder dem ganzen Widerstand parallel gelegt werden, was der normalen, bisher gebräuchlichen SCHERINGbrücke entsprechen würde, oder dem kleineren Teilwiderstand  $\rho$ . Bezeichnet man das Verhältnis  $\rho/R$  mit  $q$ , so erscheint der Ausdruck für  $\tan \delta$  mit dem Faktor  $q^2$  verkleinert, also auch die Unsicherheit. Somit gelingt es, sehr kleine  $\tan \delta$ -Werte noch mit einer Genauigkeit von etwa  $10^{-6}$  zu messen. Bisher wurde bei Prüfungen die Größe  $\tan \delta$  auf  $10^{-4}$  angegeben, obwohl die Meßunsicherheit etwa eine Zehnerpotenz niedriger lag. Abb. 12 zeigt eine Abbildung dieser Meßbrücke mit Hilfszweig. Die vorgetragene Entwicklung erfolgte im Zusammenhang mit den Bedürfnissen der einschlägigen Industrie, die immer höhere Verlustwinkelgenauigkeiten verlangte. Eine Andeutung dieses Verfahrens findet sich in einer von SCHERING im Tätigkeitsbericht der PTR für 1926 veröffentlichten Abbildung, doch ohne jeden Kommentar.

Im Vorstehenden wurde ein Überblick gegeben über die Entwicklung des Meßkondensators nebst kurzen Seitenblicken auf die Meßverfahren, so weit diese Entwicklung in der PTR bzw. deren Nachfolgebehörden verlief. Es wurde darauf hingewiesen, daß diese Entwicklung Seitenzweige trieb in der Richtung auf die Messung von sehr kleinen als auch sehr großen Kapazitäten. Eine ähnliche Entwicklung hat die Kondensatorentechnik auch außerhalb der genannten Behörden genommen, aber darauf einzugehen würde zu weit führen. Vielleicht tritt in der industriellen

- Literatur.** [1] GIEBE, E.: Z. Instrkde. **29**, 269, (1909). — [2] GIEBE, E. u. G. ZICKNER: Z. Instrkde. **53**, 1, 49, 97, (1933). — [3] SCHERING, H. u. R. SCHMIDT: Z. Instrkde. **32**, 253, (1912). — [4] GIEBE, E. u. G. ZICKNER: Arch. f. Elektrotechn. **11**, 10 (1922). — [5] DRP Nr. 705 391 (1941). — [6] Tätigkeitsbericht der PTR für 1932, Nr. 96. — [7] Tätigkeitsbericht der PTR für 1924, Nr. 70. — [8] Tätigkeitsbericht der PTR für 1926, Nr. 53 u. 54; 1926, Nr. 86. — [9] SCHERING, H. u. R. VIEWEG: Z. techn. Phys. **9**, 442, 1928. — [10] ZICKNER, G.: Jb. drahtl. Telegr. u. Tel. **25**, 26, 1925. — [11] SCHULZE, A.: Arch. f. Elektrotechn. **18**, 683, 1927. — [12] ZICKNER, G.: Elektrotechn. **2**, 317 (1948). — [13] BLECHSCHMIDT, E.: Elektrotechn. **8**, 324, (1954). — [14] DRP Nr. 752 883 (1936). — [15] Tätigkeitsbericht der PTR für 1928, Nr. 90. — [16] ZICKNER, G.: ENT **7**, 443, (1930); Z. angew. Phys. **8**, 187 (1956). — [17] ZICKNER, G.: Arch. f. Elektrotechn. **19**, 49 (1927); Z. f. Fernmeldetechn. **8**, 59, (1927). — [18] SCHULZE, A. u. G. ZICKNER: Arch. f. Elektrotechn. **24**, 11, (1930). — [19] ZICKNER, G. u. G. PFESTORF: Z. f. techn. Phys. **12**, 210, 1931. — [20] ZICKNER, G. u. G. PFESTORF: E T Z **5**, 1681, 1930. — [21] Tätigkeitsbericht der PTR f. 1929, Nr. 104. — [22] Tätigkeitsbericht der PTR f. 1931, Nr. 94. — [23] ZICKNER, G.: Procès-Verbaux des séances du CCE 1939, S. 41. — [24] ZICKNER, G.: Arch. f. Elektrotechn. **42**, 71, (1955). — [25] DRP Nr. 878 681 (1943). — [26] HOYER, H.: Arch. Elektrotechn. **41**, 347, (1954). — [27] Tätigkeitsbericht der PTB f. 1954, Nr. 107; f. 1955, Nr. 104.

Dir. i. R. Dr. GUSTAV ZICKNER,  
Physikalisch-Technische Bundesanstalt  
Braunschweig, Bundesallee 100.

## Verzeichnis der Originalarbeiten und der zusammenfassenden Berichte geordnet nach Sachgebieten

### 1. Mechanik

#### *Instrumente und Meßmethoden*

- ELSBERGER, U., G. OHL u. R. SÜSS: Eine Projektionsuhr mit überschichtlichem System der Zeitanzeige. 592.  
HENDT, K.: Die Mikrowaagen in ihrer Entwicklung seit 1886. 453.  
NAGEL, R.: Untersuchungen über die Eignung eines Flüssigkeitsspiegels als Ebenheitsnormal. 342.  
ST, Th.: Steigerung von Empfindlichkeit und relativer Genauigkeit der elektrischen Mikrowaage. 164.  
ELESSEN, J.: Elastische Stabmanometer mit exzentrischer Bohrung für Drucke bis 9500 kp/cm<sup>2</sup>. 193.  
ELESSEN, J. u. K. HILD: Kolbenmanometer mit direkter Anzeige. 450.  
NDWEHR, R.: Die Genauigkeitsgrenze interferometrischer Längenmessungen. 561.  
LEIBE, A., U. ADELSBERGER, G. BECKER, G. OHL u. R. SÜSS: Konstruktion und Leistung neuer Quarzuhren der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt. 175.  
SP, A.: Über ein viskosimetrisches Verfahren zur Bildung des Produktes zweier Meßgrößen mit fortlaufender zeitlicher Summation. 158.

#### *Elastizität und Plastizität*

- EGGE, W.: Elastische, plastische Vorgänge beim BRINELLschen Kugeldruckversuch. 183.  
GT, H.: Dynamische Berstdruckprüfung von Hohlkörpern. 155.

#### *Schwingungen*

- ELENBACH, W.: Über die beim Glockenläuten auf den Turm wirkenden horizontalen Wechselkräfte. 508.  
OZUWEIT, G.: Ein Verfahren zur Zeitlupenaufnahme von Stimmlippenschwingungen. 287.  
ECKMANN, P.: Über den Nachweis von Fehlstellen bei der Reifenprüfung nach dem Ultraschall-Durchstrahlungsverfahren. 386.

#### *Vakuumtechnik*

- NLEIN, W. u. K.-G. GÜNTHER: Pumpenkombination für Hochvakuumanlagen. 603.  
ESTA, H.: Über das Verhalten der Gasentladung beim Vakuummeter nach PENNING. 598.  
LITZ, H.: Ein thermoelektrisches Vakuummeter. 216.

### 2. Wärme

- SEL, O. u. G. WITTEW: Eine Nullmethode zur Messung niedriger Dampfdrucke. 20.  
RENS, H. u. F. RÖSSLER: Überschallflammen durch Sekundärverbrennung von Raketenstrahlen in Luft. 237.  
CHER, J. u. F. P. DOSCH: Die Wärmeübertragung dünner stromdurchflossener Drähte an Luft von Normalzustand bei freier Konvektion. 292.  
SCHNER, F. u. H. KIRCHNER: Zur Messung von sehr niedrigen Gas- und Dampfdrücken. 478.  
EPPE, W.: Ein I-T-Diagramm von Neon. 581.  
RWEIJ, W.: Die Zündung explosiver Gasmische beim Bruch von nicht brennenden Leuchtstofflampen. 521.

### 3. Elektrizität und Magnetismus

#### *Meß- und Verstärkertechnik*

- KART, F.: Die Entwicklung der unfokussierten Sekundärelektronenvervielfacher. 303.  
REHARZ, R.: Experimente mit Impulsgeneratoren hoher Impulsfrequenz. 531.  
RTE, H.: Eine Schleifdrahtwalze für die Townsendschaltung als einfaches Hilfsmittel zur Präzisionsmessung von sehr großen Widerständen. 191.

- PHILIPP, E. O.: Untersuchungen an speziellen Frequenzteilern mit großem Teilverhältnis. 119.  
SCHMIDT, W.: Die Hyperbelfeldröhre, eine Elektronenstrahlröhre zum Multiplizieren in Analogie-Rechengengeräten. 69.  
SZABÓ, G.: Kaltleiter-Spannungsstabilisator in Brückenschaltung. 512.  
ZICKNER, G.: Neuere Drehkondensatoren ohne Anfangskapazität. 187.  
ZICKNER, G.: Aus der Entwicklung des Meßkondensators. 607.

#### *Elektrostatik*

- HERCHENBACH, W. u. H. SIGEL: Untersuchungen zur Selbst-erregung von Bandgeneratoren. 355.

#### *Dielektrika*

- BÖNING, P.: Die universelle Bedeutung der Ionenadsorption in Isolierstoffen. 516.  
HEYWANG, W. u. R. SCHÖFER: Zum Einfluß des Gefüges auf das Hystereseverhalten von BaTiO<sub>3</sub>-Keramik. 209.  
MEISINGER, J.: Über die dielektrischen Verluste und die elektrische Leitfähigkeit von Bariumtitanatkeramik nach Unterkühlung der Phasenumwandlung bei 120°C. 422.  
MEYER, E., H. J. SCHMITT u. H. SEVERIN: Dielektrizitätskonstante und Permeabilität künstlicher Dielektrika bei 3 cm Wellenlänge. 257.  
MUSSET, E., A. NIKURADSE u. R. ULBRICH: Über die Durchbruchfeldstärke in dielektrischen Flüssigkeiten verschiedener molekularer Zusammensetzungen. 8.

#### *Magnetismus*

- BERGMANN, W. H.: Über die Bildung von Bitterstreifen. 559.  
GANZ, D. u. R. BRENNER: Textur und Magnetisierungskurve bei Siliziumeisen. 502.  
KERSTEN, M.: Die Wölbung der Blochwand als Elementarvorgang reversibler Magnetisierungsänderungen (Anfangspermeabilität und  $\Delta E$ -Effekt). 313.  
KERSTEN, M.: Zur Deutung des Temperaturganges der Anfangspermeabilität (Mn<sub>2</sub>Sb, Kobalt, Eisen, Nickel). 382.  
KERSTEN, M.: Über die Bedeutung der Versetzungsdichte für die Theorie der Koerzitivkraft rekristallisierter Werkstoffe. 496.  
KORNETZKI, M.: Eine Beziehung zwischen Hystereseebeiwert und Permeabilität. Teil III und IV. 127.  
KORNETZKI, M.: Eine Beziehung zwischen Hystereseebeiwert und Koerzitivkraft. 536.  
KUSSMANN, A. u. J. H. WOLLENBERGER: Über Pulvermuster und Magnetisierungsvorgänge bei hochkoerzitiven Alnico-Magneten. 213.  
LUTZE, E.: Eine vereinfachte Apparatur zur Ausführung paramagnetischer Resonanzmessungen. 61.  
SCHREIBER, F.: Hystereserelaxation und Permeabilität von kohlenstoffhaltigem Silizium-Eisen. 539.  
YAMADA, O. u. H.-D. HAHLEBOHM: Über Methoden zur Bestimmung der Konstanten S<sub>r</sub> der irreversiblen magnetischen Nachwirkung. 205.

#### *Elektrizitätsleitung in festen Körpern, Halbleiter*

- BITTEL, H. u. K. SCHEIDHAUER: Zur Frage des Rauschens metallischer Leiter. 417.  
BÖSENBERG, W.: Über das Tiegelproblem bei Langzeitglühung von Germanium. 551.  
GEIST, D.: Über innere Transistorschwingungen. 337.  
SALOW, H. u. W. V. MÜNCH: Über einen Schalttransistor mit kurzen Sprungzeiten. 114.

#### *Elektrizitätsleitung in Gasen*

- APPEL, H. u. E. FÜNFER: Zündverzögerung und Aufbauzeit der Entladung im Thyatron. 322.  
BEMERL, W. u. H. FETZ: Untersuchung des photoelektrisch wirksamen UV-Lichtes einer in H<sub>2</sub> und O<sub>2</sub> brennenden Corona-Entladung. 424.



- V. BEZOLD, D.: Vorgänge in der Gasentladung beim spektrochemischen Nachweis von Nichtmetallen durch Anregung mit Ultrakurzwellen nach GATTERER und FRODL. 269.
- KLUGE, W. u. A. SCHULZ: Die Bestätigung der Zündgesetze und ROGOWSKI und FÜCKS an technischen Kaltkathoden-Entladungsgefäßen. 328.
- MÜLLER, G.: Zum Verhalten von Wechselstromlichtbögen im Vakuum. 234.
- MÜLLER, G. u. W. FINKELNBURG: Über Potentialmessungen mit bewegten Sonden in Hochdrucklichtbögen. 282.
- SCHULZ-DU BOIS, E.: Elementarprozesse der Elektronenrekombination in verlöschenden Entladungsplasmen. 267.

#### Grenzflächenerscheinungen

- HEYWANG, W.: Zum Mechanismus des spannungsabhängigen Kontaktwiderstands von Siliziumkarbid. 398.
- KERNER, K.: Über die Elektronenemission kalter Metalloberflächen bei mittleren Feldstärken ( $\sim 10^4$  V/cm). 1.
- MILLAN, K. u. W. RIEDER: Kontaktwiderstand und Kontakt-oberfläche. 28.
- ZÜCKLER, K.: Zur Wirkungsweise spannungsabhängiger Siliziumkarbidwiderstände. 34.

#### Elektronen- und Ionenoptik

- LENZ, F.: Ein mathematisches Modellfeld für eine permanent-magnetische Einzellinse. 492.
- KIMMEL, H.: Über die Abbildungsstreuung von Lackabdrucken. 227.
- WINKELMANN, A.: Messung der Temperaturerhöhung der Objekte bei Elektroneninterferenzen. 218.
- WUTZ, M.: Extraktionsmessungen und Strahlführung bei einer Bogenquelle. 596.
- YAMAGUCHI, S.: Über die Temperaturerhöhung der Objekte im Elektronenstrahl. 221.

#### Elektromagnetische Wellen

- ECKART, G.: Über den UKW-Schwind und seine Analyse. 407.
- GÜTH, W.: Der Bau einer Flächenantenne mit einer kegelförmigen Richtcharakteristik. 368.
- HADDENHORST, H.-G.: Durchgang von elektromagnetischen Wellen durch inhomogene Schichten. (Teil II: Absorption von elektromagnetischen Wellen.) 264.
- MEYER, E. u. H. SEVERIN: Absorptionsanordnungen für elektromagnetische Zentimeterwellen und ihre akustischen Analogien. 105.
- POEVERLEIN, H.: Eine einfache Theorie der Beugung von Radiowellen jenseits des optischen Horizonts. 90.
- POEVERLEIN, H.: Große Reichweiten von m-, dm- und cm-Wellen. 244.
- SCHMITT, H. J.: Breitbandiger Resonanzabsorber für elektromagnetische Zentimeterwellen. 372.
- SCHUMANN, W. O.: Zur Deutung der von Blitzen ausgesendeten Impulsreihen. 24.
- SCHUMANN, W. O.: Der Einfluß des horizontalen Erdmagnetfeldes auf elektrische Wellen zwischen Erde und Ionosphäre, die schräg zum Meridian verlaufen. 126.
- SCHUMANN, W. O.: Über Wellenausbreitung im Plasma zwischen zwei unendlich gut leitenden Ebenen in Richtung eines aufgeprägten äußeren Magnetfeldes. 482.
- V. TRENTINI, G.: Experimentelle Untersuchungen an Wellenlängen-Linsen. 364.

#### 4. Optik

##### Lichtquellen

- FRÜNGEL, F.: Ein neues Hochfrequenz-Blitzgerät für lange Blitzserien (25000/sec), sowie Anwendungen gesteuerter Einzelblitze in der Spannungsoptik. 86.
- KESSLER, R.: Ein Lichtmodulator zum Betrieb von Ultrarotempfangsgeräten. 405.

##### Optische Materialeigenschaften

- GROSCHWITZ, E. u. R. WIESNER: Über den Beitrag der Elektronen zu den optischen Eigenschaften von Halbleitern. 391.

##### Spektroskopie

- BRANDMÜLLER, J. u. H. MOSER: Anordnungen zur photoelektrischen Registrierung von RAMAN-Spektren. 95.
- BRANDMÜLLER, J. u. H. MOSER: Die photoelektrische Registrierung von RAMAN-Spektren. (II. Teil.) 142.
- KAISER, R.: Zur Vergrößerung und Verzerrung von Absorptionskurven. 429.

- KREMPL, H., D. DORSCH u. H. PFUNDT: Erfahrungen in lichtelektrischen Messungen von Linienintensitäten bei Emissionsspektralanalyse. 16.
- LEO, W.: Zur Frage der Koma-Behebung bei Spektrometern mit sphärischen Hohlspiegeln. 196.

##### Interferenzoptik

- BÜNNAGEL, R.: Einfaches Verfahren zur topographischen Darstellung einer optischen Planfläche. 447.

##### Spannungsoptik

- BUFLER, H.: Eine neue Auswertungsmethode der ebenen Spannungsoptik. 139.
- SCHWIEGER, H. u. G. HABERLAND: Die photographische Darstellung von Schubgleichen unterhalb der 1. Isochromatenordnung bei spannungsoptischen Versuchen. 350.
- VOIGT, W.: Über einen Kompensator zur Messung optischer Phasendifferenz an Hochpolymeren und Kristallen. 75.

##### Röntgenstrahlen

- ELLE, D.: Ein Röntgenblitzrohr mit Kuntsstoffisolation und einer Doppelanode. 81.
- RÖHLER, R.: Über den Einfluß von Randschärfe und Kontrast auf die Detailerkennbarkeit bei photographischen Aufnahmen mit besonderer Berücksichtigung der Röntgen-diagnostik. 577.
- SCHAAFFS, W.: Eine Röntgenblitzröhre zur Erzeugung von Röntgeninterferenzen in einer Mikrosekunde. 299.
- SCHITTENHELM, R.: Die Fehlererkennbarkeit bei der zerstörungsfreien Prüfung von Stahl mit energiereichen Röntgenstrahlen. 569.
- ULMER, K. u. B. ZIEGLER: Messung eines 30 MeV Betatronbremspektrums mit dem Comptonspektrometer. 49.

#### 5. Atomphysik

- ARENDT, P. R.: Bericht über Reaktor-Konstruktionen. 41.
- LEISTNER, M.:  $4\pi$ -Zähler und Messungen zur Absolutbestimmung geringer spezifischer Aktivitäten energiearmer Strahler. 331.
- SCHUMANN, G.: Künstliche radioaktive Produkte in der Atmosphäre. 361.
- SOMMERMEYER, K. u. K.-H. WAECHTER: Die Absorptionskoeffizienten der  $\beta$ -Energie radioaktiver Isotope II (Grundlagen der  $\beta$ -Strahlen-Dosimetrie). 53.
- SOMMERMEYER, K. u. K.-H. WAECHTER: Die Absorptionskoeffizienten der  $\beta$ -Energie radioaktiver Isotope. Die Verteilung in der Umgebung kleiner radioaktiver Körperchen mit Oberflächenemission. 473.

#### 6. Struktur des festen Körpers

- BRÜCHE, E. u. H. POPPA: Zur Frage der RAYLEIGH-BEILBY-Schicht bei Glas. 486.
- JAHRREISS, H.: Ein Übersichtsdiagramm für Elektronenbeugungsuntersuchungen. 339.
- LUY, H. u. K. SCHUMACHER: Über die Einwirkung von Elektronen- und Röntgenstrahlen mittlerer Energie auf Polyäthylen. 222.
- NEFF, H.: Über die Präzisionsbestimmung von Gitterkonstanten mit dem Zählrohr-Interferenz-Coniometer. 503.
- RICHTER, H., G. BREITLING u. F. HERRE: Struktur der Aktivkohle und Zuckerkohle durch Vergleich berechneter und experimenteller Atomverteilung. 433.
- RICHTER, H.: Amorphe Strukturen bei Polier- und Einlaufvorgängen. 585.
- WEYERER, H.: Strukturuntersuchung an flächenhaften Proben in einer kleinen Zylinderkamera. 135.
- WEYERER, H.: Präzisionsbestimmung von Gitterkonstanten I. Das DEBYE-SCHERRER-Verfahren. 202.
- WEYERER, H.: Präzisionsbestimmung von Gitterkonstanten II. 297.
- WEYERER, H.: Präzisionsbestimmung von Gitterkonstanten (III-V). 553.

#### 7. Verschiedenes

- KLINGELHÖFFER, H.: Chromatographische Untersuchung des Verlebungsvorganges bei Papieren. 171.

#### 8. Personalien

- MEISSNER, W.: RUDOLF PLANK 70 Jahre. 152.
- SCHIEBE, A.: RICHARD VIEWEG zum 60. Geburtstag. 153.

## Autorenverzeichnis

(A) bedeutet Originalarbeit. (Ber) zusammenfassender Bericht. (Pers) Personalien.

- Adelsberger, U. .... 175(A).  
Adelsberger, U. .... 592(A).  
Amsel, O. .... 20(A).  
Appel, H. .... 322(A).  
Arendt, P. R. .... 41(Ber).  
Becker, G. .... 175(A).  
Behrens, H. .... 237(A).  
Behrndt, K. .... 453(Ber).  
Bemerl, W. .... 424(A).  
Bergmann, W. H. .... 559(A).  
v. Bezold, D. .... 269(A).  
Bittel, H. .... 417(A).  
Böning, P. .... 516(Ber).  
Bösenberg, W. .... 551(A).  
Brandmüller, J. .... 95(Ber).  
Brandmüller, J. .... 142(Ber).  
Breitling, G. .... 433(A).  
Brenner, R. .... 502(A).  
Brüche, E. .... 486(A).  
Bünnagel, R. .... 342(A).  
Bünnagel, R. .... 447(A).  
Bufler, H. .... 139(A).  
Dorsch, D. .... 16(A).  
Dösch, F. P. .... 292(A).  
Eckart, F. .... 303(Ber).  
Eckardt, G. .... 407(Ber).  
Elle, D. .... 81(A).  
Fetz, H. .... 424(A).  
Finkelnburg, W. .... 282(A).  
Fischer, J. .... 292(A).  
Frügel, F. .... 86(A).  
Fünfer, E. .... 322(A).  
Ganz, D. .... 502(A).  
Gast, Th. .... 164(A).  
Geist, D. .... 337(A).  
Gerharz, R. .... 531(A).  
Gielessen, J. .... 193(A).  
Gielessen, J. .... 450(A).  
Groschwitz, E. .... 391(A).  
Günther, K.-G. .... 603(A).  
Güth, W. .... 368(A).  
Haberland, G. .... 350(A).  
Haddenhorst, H.-G. .... 264(A).  
Hänlein, W. .... 603(A).  
Hahlbohm, H.-D. .... 205(A).  
Herre, F. .... 433(A).  
Herchenbach, W. .... 355(A).  
Heywang, W. .... 209(A).  
Heywang, W. .... 398(A).  
Hild, K. .... 450(A).  
Jahrreiss, H. .... 339(A).  
Kaiser, R. .... 429(A).  
Kallenbach, W. .... 508(A).  
Kerner, K. .... 1(A).  
Kersten, M. .... 313(A).  
Kersten, M. .... 382(A).  
Kersten, M. .... 496(A).  
Kessler, R. .... 405(A).  
Kimmel, H. .... 227(A).  
Kirchner, F. .... 478(A).  
Kirchner, H. .... 478(A).  
Klingelhöffer, H. .... 171(A).  
Kluge, W. .... 328(A).  
Koepe, W. .... 581(A).  
Kornetzki, M. .... 127(A).  
Kornetzki, M. .... 536(A).  
Krempf, H. .... 16(A).  
Kussmann, A. .... 213(A).  
Landwehr, R. .... 561(Ber).  
Leistner, M. .... 331(A).  
Lenz, F. .... 492(A).  
Leo, W. .... 196(A).  
Lutze, E. .... 61(A).  
Luy, H. .... 222(A).  
Meisinger, J. .... 422(A).  
Meissner, W. .... 152(Pers).  
Mette, H. .... 191(A).  
Meyer, E. .... 105(A).  
Meyer, E. .... 257(A).  
Millian, K. .... 28(A).  
Moesta, H. .... 598(A).  
Moser, H. .... 95(Ber).  
Moser, H. .... 142(Ber).  
Müller, G. .... 234(A).  
Müller, G. .... 282(A).  
v. Münch, W. .... 114(A).  
Musset, E. .... 8(A).  
Neff, H. .... 505(A).  
Nikuradse, A. .... 8(A).  
Ohl, G. .... 175(A).  
Ohl, G. .... 592(A).  
Pfundt, H. .... 16(A).  
Philipp, E. O. .... 119(A).  
Podzuweit, G. .... 287(A).  
Poeverlein, H. .... 90(A).  
Poeverlein, H. .... 244(Ber).  
Poppa, H. .... 486(A).  
Prigge, W. .... 183(A).  
Richter, H. .... 433(A).  
Richter, H. .... 585(A).  
Rieckmann, P. .... 386(A).  
Rieder, W. .... 28(A).  
Röhler, R. .... 577(A).  
Rössler, F. .... 237(A).  
Salow, H. .... 114(A).  
Schaaffs, W. .... 299(A).  
Scheibe, A. .... 153(Pers).  
Scheibe, A. .... 175(A).  
Scheidhauer, K. .... 417(A).  
Schittenhelm, R. .... 569(A).  
Schlitt, H. .... 216(A).  
Schmidt, W. .... 69(A).  
Schmitt, H.-J. .... 257(A).  
Schmitt, H.-J. .... 372(A).  
Schöfer, R. .... 209(A).  
Schreiber, F. .... 539(A).  
Schulz, A. .... 328(A).  
Schulz-Du Bois, E. .... 267(A).  
Schumacher, K. .... 222(A).  
Schumann, G. .... 361(A).  
Schumann, W. O. .... 24(A).  
Schumann, W. O. .... 126(A).  
Schumann, W. O. .... 482(A).  
Schwieger, H. .... 350(A).  
Severin, H. .... 105(A).  
Severin, H. .... 257(A).  
Sigel, H. .... 355(A).  
Sommermeyer, K. .... 53(A).  
Sommermeyer, K. .... 473(A).  
Süss, R. .... 175(A).  
Süss, R. .... 592(A).  
Szabo, G. .... 512(A).  
v. Trentini, G. .... 364(A).  
Ulbrich, R. .... 8(A).  
Ulmer, K. .... 49(A).  
Verweij, W. .... 521(A).  
Voigt, H. .... 155(A).  
Voigt, W. .... 75(A).  
Waechter, K.-H. .... 53(A).  
Waechter, K.-H. .... 473(A).  
Wesp, A. .... 158(A).  
Weyerer, H. .... 135(A).  
Weyerer, H. .... 202(A).  
Weyerer, H. .... 297(A).  
Weyerer, H. .... 553(A).  
Wiesner, R. .... 391(A).  
Winkelmann, A. .... 218(A).  
Wittwer, G. .... 20(A).  
Wollenberger, J. H. .... 213(A).  
Wutz, M. .... 596(A).  
Yamada, O. .... 205(A).  
Yamaguchi, S. .... 221(A).  
Zickner, G. .... 187(A).  
Zickner, G. .... 607(Ber).  
Ziegler, B. .... 49(A).  
Zückler, K. .... 34(A).



## Verzeichnis der Buchbesprechungen

(Die Namen der Rezensenten sind in Klammern gesetzt.)

- Aspirations-Psychrometer-Tafeln, herausgegeben vom Deutschen Wetterdienst. (*Maier-Leibnitz*). S. 104.
- BAULE, B.: Die Mathematik des Naturforschers und Ingenieurs. Band I, Differential- und Integralrechnung. (*Fick*). S. 48.
- BAYARD, M.: Théorie des réseaux de KIRCHHOFF. (Régime sinusoïdal et synthèse.) (*Kaden*). S. 152.
- BECHERT, K. u. CHR. GERTHSEN: Atomphysik. (*Hettner*). S. 48.
- BECKER, R.: Theorie der Wärme. (*Hettner*). S. 520.
- CLARK, G. L.: Applied X-Rays. (*Borchert*). S. 520.
- COLLATZ, L.: Numerische Behandlung von Differentialgleichungen. (*Schecher*). S. 312.
- COURANT, R.: Vorlesungen über Differential- und Integralrechnung. 1. Band: Funktionen einer Veränderlichen. (*Haug*). S. 48.
- DÖRING, W.: Einführung in die Quantenmechanik. (*Hettner*). S. 104.
- DOETSCH, G.: Handbuch der LAPLACE-Transformation. (*Eckart*). S. 568.
- EMELÉUS, H. J. u. J. S. ANDERSON: Ergebnisse und Probleme der modernen anorganischen Chemie. (*Scheibe*). S. 48.
- ERNST, W.: Strahlenschutz und sonstiger Arbeitsschutz bei der medizinischen Anwendung der Röntgenstrahlen. (*Waidelich*). S. 48.
- GABLER, H.: Nautische Technik. (Formeln, Diagramme, Tabellen). (*Lassen*). S. 152.
- GERTHSEN, CH.: Physik. (*Joos*). S. 568.
- GRÖBER, H., S. ERK u. U. GRIGULL: Grundgesetze der Wärmeübertragung. (*Meissner*). S. 255.
- Halbleiterprobleme, Band II, herausgegeben von W. Schottky. (*Joos*). S. 104.
- HEISENBERG, W.: Das Naturbild der heutigen Physik. (*Haug*). S. 416.
- HERSCHEL, R.: Die LAPLACE-Transformation und ihre Anwendung in der Regelungstechnik. (*Eckart*). S. 256.
- Jenaer Jahrbuch. 1954 1. und 2. Teil. (*Joos*). S. 254.
- KAPZOW, N. A.: Elektrische Vorgänge in Gasen und im Vakuum. (*Joos*). S. 254.
- MÜNZINGER, F.: Atomkraft. (*Fünfer*). S. 254.
- OBERDORFER, G.: Die Maßsysteme in Physik und Technik. (*Asselmeyer*). S. 520.
- OLLENDORFF, F.: Elektronik des Einzelelektrons. Technische Elektrodynamik Bd. II/1. (*Joos*). S. 104.
- PRAGER, W.: Probleme der Plastizitätstheorie. (*Mönch*). S. 254.
- SACHSE, H.: Ferroelektrika. (Technische Physik in Einzeldarstellungen, Bd. 11.) (*Baldus*). S. 520.
- SCHLEGEL, R. H. u. A. NOWAK: Impulstechnik. (*Lutze*). S. 312.
- SCHULZE, A.: Meßwiderstände. (*Asselmeyer*). S. 255.
- SLATER, J. C.: Modern Physics. (*Ewald*). S. 312.
- Techniques générales du laboratoire de physique. (*Joos*). S. 568.
- TOWNES, C. H. u. A. L. SCHAWLOW: Microwave Spectroscopy. (*Lutze*). S. 256.
- TREY, F. und W. LEGAT: Einführung in die Untersuchung der Kristallgitter mit Röntgenstrahlen. (*Waidelich*). S. 255.
- United States Atomic Energy Commission (AEC): Reactor Handbook (Engineering). (*Kornbichler*). S. 256.
- United States Atomic Energy Commission: Research Reactors (Forschungsreaktoren). (*Springer*). S. 256.
- United States Atomic Energy Commission: Neutron Cross Sections. (*Springer*). S. 256.
- United States Atomic Energy Commission (AEC): Reactor Handbook (Materials). (*Kornbichler*). S. 416.
- WEIZEL, W.: Lehrbuch der theoretischen Physik. (*Hettner*). S. 472.
- ZEISE, H.: Thermodynamik auf den Grundlagen der Quantentheorie, Quantenstatistik und Spektroskopie. 3. Bd. (*Meissner*). S. 255.